فصلنامه‌ی علمی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۱۰، شماره‌ی ۳، پاییز ۱۴۰۰

بررسی میزان افزایش خواص مکانیکی سیمان‌های گلس آینومر با افزودن دیوپسید سنتزشده به روش سل ژل

نوع مقاله: علمی پژوهشی

علی ملکی نوجه‌دهی[۱*]، محمدتقی همدانی[۲]، فرینا مقدم[۳]، رضا نجفی[۴]

[۱]دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد (دانشگاه تبریز)

[۲]استادیار مهندسی مواد (دانشگاه تبریز)

[۳]دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد (دانشگاه تبریز)

[۴]دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد (دانشگاه تبریز)

*ali.maleki7372@yahoo.com

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۵ فروردین ۱۴۰۰

پذیرش: ۱۷ شهریور ۱۴۰۰

صفحه ۶۲ تا صفحه ۷۵

در دسترس در نشانی:

www.ijcse.ir

زبان نشریه: فارسی

شاپا چاپی: ۲۳۵۲-۲۳۲۲

شاپا الکترونیکی:

۲۷۸۳-۳۰۰۳

چکیده:

هدف از اجرای پژوهش حاضر، ساخت نانوکامپوزیت سیمان گلاس آینومر دیوپسید و بررسی اثر افزودن نانوذارت بیوسرامیک دیوپسید به جزء سرامیکی سیمان گلاس آینومر، به منظور ارتقاء خواص مکانیکی و زیست‌فعالی ساخته شد. به منظور شناسایی ساختار فازی، تعیین اندازه دانه و مورفولوژی نانوذرات دیوپسید، به ترتیب از آزمون پراش پرتو ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده شد. به منظور تأیید حضور گروه‌های(SO_3H) بر روی سطح نانوذارت سیلیس از آزمون طیف‌سنجی تبدیل فوریه فروسرخ (FTIR) استفاده گردید. در ادامه، نانوذارت دیوپسید با درصد وزنی به ترتیب ۲، ۴ و ۶ درصد وزنی به جزء سرامیکی سیمان گلاس آینومر تجاری (Fuji (II GIC افزوده شدند و نانوکامپوزیت‌های سیمان گلاس آینومر ساخته شد. به منظور بررسی خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌های تولیدی، نمونه‌ها تحت آزمون‌های استحکام فشاری، میکروسختی قرار گرفتند. به منظور بررسی خاصیت رهایش فلوراید، نانو کامپوزیت‌های تولیدی از آزمون رهایش فلوراید در بزاق مصنوعی استفاده شد. نتایج آزمون پراش پرتو ایکس، ترکیب دیوپسید خالص نانوکریستالی را تأیید نمود. نتایج آزمون طیف‌سنجی تبدیل فوریه فروسرخ، حضور گروه‌های (SO_3H) را بر روی سطح نانوذارت سیلیس تأیید نمود. بیش‌ترین میزان افزایش همزمان استحکام فشاری، میکروسختی و چقرمگی شکست در نانوکامپوزیت (GIC-4wt.%DIO) مشاهده شد. نتایج آزمون رهایش فلوراید (ICP) نشان داد، میزان فلوراید آزاد شده از نانوکامپوزیت‌های تولیدی اندکی کم‌تر از سیمان گلاس آینومر است. تصاویر میکرو سکوپ الکترونی روبشی و طیف‌سنجی تبدیل فوریه فروسرخ، زیست‌فعالی نانوکامپوزیت‌های تولیدی را تأیید نمودند. نانوکامپوزیت تولیدی به دلیل بهبود خواص مکانیکی، رهایش فلوراید مطلوب و افزایش زیست‌فعالی، می توانند گزینه‌ی مناسبی برای ترمیم‌های دندانی و کاشتنی‌های ارتوپدی تحت بار باشد.

کلیدواژه:

سیمان گلاس آینومر، نانوذرات دیوپسید، سیلیکا سولفوریک اسید، خواص مکانیکی، رهایش فلوراید، زیست‌فعالی.

کد DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

۱- مقدمه

سیمان گلاس آینومر در سال ۱۹۶۳ میلادی توسط ویلسون [۹] و کنت [۲] در کشور انگلستان در یک آزمایشگاه شیمی ابداع شد [۱]. این سیمان از زمان ابداع، تاکنون به عنوان یک بیوسرامیک ترمیمی، در دندانپزشکی کلینیکی کاربرد های زیادی را به خود اختصاص داده است. سیمان‌های گلاس آینومر، موادی پایه آلی هستند و به‌عنوان سیمان‌های پلی آلکنوئات شناخته شده‌اند. اساس کار این مواد، بر پایه واکنش اسید باز بین پودر شیشه‌ای فلوئوروآلومینوسیلیکات کلسیم و یک محلول آبی پلی‌اکریلیک‌اسید است [۲، ۹]. طرح اولیه سیمان‌های گلاس آینومر، فرمولی از سیمان‌های سیلیکات و پلی‌کربوکسیلات بود. سیمان های گلاس آینومر، پودر آلومینوسیلیکات را از سیمان‌های سیلیکات و مایع پلی اکریلیک‌اسید را از سیمان‌های پلی‌کربوکسیلات مورد استفاده قرار دادند تا خواص هر دو سیمان را تواماً دارا باشند. سخت شدن سیمان گلاس آینومر در طی سه مرحله انحلال، ژل شدن و سخت شدن صورت می‌گیرد. بنابراین مکانیزم سخت شدن سیمان گلاس آینومر شامل حل شدن سطح ذرات شیشه در مایع پلیمری، سپس آزاد شدن یون های آلومینیوم و کلسیم و نهایتاً تشکیل زنجیره‌های پلی آکریلات کلسیم و آلومینیوم در زمینه سیمان سخت شده، می‌باشد [۳]. سیمان گلاس آینومر به علت برخی ویژگی های فیزیکی، شیمیایی و زیستی مطلوبی که دارد در بین مواد ترمیمی، کاربردهایی را به خود اختصاص داده است. زیست‌سازگاری مناسب در دهان، انطباق رنگ با عاج و مینای دندان، مقاومت در برابر اسید، ضریب انبساط حرارتی مشابه ساختار دندان، عدم انقباض ناشی از خودگیری و عدم سمیت، از ویژگی‌های دیگر این سیمان‌ها به شمار می‌آید [۴، ۹]. گلاس آینومر ها عموماً برای ترمیم ساختار های دندانی در دندانپزشکی به طور گسترده استفاده می شوند. به غیر از دندانپزشکی، سیمان گلاس آینومر به عنوان مادهای برای استفاده در جراحی‌های ترمیم استخوان نیز پیشنهاد شده است [۵]. در کنار مزایای سیمان گلاس آینومر، مهم ترین محدودیت طی کاربرد این سیمان‌ها خواص مکانیکی ضعیف آن‌ها می‌باشد که استفاده از آن‌ها را در کاربردهای تحت تنش بالا محدود می‌سازد. دیوپسید با ترکیب شیمیایی $CaMgSi_2O_6$ یکی از بیوسرامیک‌های مهم است که به گروه پیروکسین‌ها ۹ تعلق دارد. نونامی ۲ و همکارانش در سال ۱۹۷۷میلادی، دیوپ سید را به عنوان یک بیو سرامیک معرفی کردند. آن‌ها پیشنهاد کردند که سرامیک دیوپسید با توجه به زیست‌سازگاری و خواص مکانیکی خوب می‌تواند گزینه مناسبی برای کاربردهای دندانپزشکی، ارتوپدی و به خصوص کاشتنی‌های تحت بار باشد. دیوپسید به طور گسترده از طریق فرایندهای حالت جامد، سل- ژل و رسوب دهی ساخته شده است. روش سل- ژل به دلایلی همچون یکنواختی شیمیایی بالا، دماهای عملیاتی پایین، کنترل ترکیب و اندازه کوچک کریستال‌های ساخته شده، به عنوان روش مناسبی برای تهیه نانوذرات دیوپسید در نظر گرفته شده است.

۲- فعالیت‌های تجربی

۲-۱- سنتز و مشخصه‌یابی نانوذرات دیوپسید

مواد اولیه جهت سنتز دیوپسید (DIO) با فرمول شیمیایی

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

$CaMgSi_2O_6$ به روش سل- ژل عبارتند از نیترات منیزیم شش آ به $Mg(NO_3)_2.6H_2O$، نیترات‌کلسیم چ‌هارآ به $Ca(NO_3)_2.4H_2O$، تترا اتیل اورتوسیلیکات $SiC_8H_{20}O_4$ (TEOS) و اتانول می‌باشد.

برای تهیه DIO، نیترات‌کلسیم و نیترات‌منیزیم را در با نسبت های استوکیومتری مشخص در اتانول ریخته و در هم‌زن مغناطیسی به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد هم می‌زنیم. پس از ۳۰ دقیقه هم‌زدن و حل شدن نمک‌های مذکور در اتانول، TEOS به محلول اضافه می‌کنیم. پس از افزودن TEOS به محلول، مجددا در دمای ۸۰ درجه سانتی گراد ولی این بار با سرعت کم‌تری به مدت ۳۰ دقیقه در هم زن مغناطیسی هم‌زده می‌شود. محصول به‌دست آمده از این مرحله سل می‌باشد که آن را در خشک‌کن تحت دمای ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۴۸ ساعت قرار می‌دهیم. پودر بسیار آگلومره به‌دست آمده از خشک‌کن را به‌صورت دستی آ سیاب می‌کنیم. سپس از آن آنالیز XRD و همچنین جهت تعیین د مای واکنش های گر ماگیر و گر ماده در د ما های مختلف، آنالیز DTA می‌گیریم. طبق نتایج به‌دست آمده از DTA و ت شخیص دمای کل سینا سیون، در کوره قابل برنامه ریزی با نرخ ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه تا ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد حرارت می‌دهیم و ۲ ساعت در آن دما نگه می داریم تا پودر مورد نظر کل سینه شود. سپس پودر حا صله را مجددا به صورت د ستی به مدت طولانی آ سیاب می‌کنیم و از مش با اندازه ۱۰۰ نانومتر عبور می‌دهیم. سپس جهت تشخیص فازهای موجود آنالیز XRD می‌گیریم. همچنین جهت تعین اندازه دانه و مورفولوژی پودر حاصله، تصاویر FESEM با بزرگنمایی ۲۰۰۰۰ برابر تهیه می‌کنیم. همچنین با انجام آنالیز FT-IR، میزان و نوع پیوندهای ماده‌ی مورد نظر را بررسی می‌کنیم تا از حصول نتیجه مطلوب سنتز اطمینان خاطر کسب کنیم.

۲-۲- ساخت نمونه‌های نانوکامپوزیتی

سیمان گلاس آینومر تجاری Fuji II GC (محصول شرکت GC Corporation ژاپن) خریداری شد. جهت آماده سازی نانوکامپوزیت‌ها، نانوذرات دیوپسید با مقادیر ۲، ۴ و ۶ در صد وزنی، به پودر سیمان گلاس آینومر ا ضافه شد و سپس با مایع پلیمری مخلوط شدند. ابتدا پودر سیمان گلاس آینومر با در صدهای وزنی مختلف از نانوذرات دیوپسید به مدت ۳۰ ثانیه در آمالگاماتور مخلوط شد. سپس پودر و مایع (اکریلیک اسید) به نسبت ۲:۱ مخلوط شدند و پس از هم‌زدن و حصول سیمان، در قالب‌هایی استوانه‌ای به قطر ۶ mm و ارتفاع ۱۲ mm ریخته شده در دمای اتاق در معرض هوا خشک شدند. پس از خ شک شدن، کامپوزیت‌ها را از قالب‌ها خارج کرده و برای به‌دست آوردن سطوحی صاف‌تر سنباده‌زنی کردیم. (سنباده ۶۰۰ تا ۲۰۰۰)

۲-۳- آزمون‌های مکانیکی

جهت بررسی خواص مکانیکی (استحکام فشاری، میکرو سختی) سیمان گلاس آینومر و مقایسه آن با ۳ کامپوزیت با در صدهای وزنی ۲، ۴ و ۶ در صد وزنی دیوپسید آماده سازی شده و سپس تحت آزمون فشاری با مشخصات دستگاهی (Hounsfield, H5KS)، و میکروسختی با مشخصات دستگاهی (HV-Micrio Vickers Hardness Tester 1000Z) و چقرمگی شکست توسط دستگاه و توسط میکروسکوپ نوری قرار گرفتند.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

جهت انجام آزمون ا ستحکام فشاری، نمونه‌های ا ستوانه‌ای شـــکل با قطر mm ۶ و ارتفاع mm ۱۲ مطابق اســـتاندارد ISO 9917-1 تهیه و با اعمال بار N ۲۵ با ســرعت ۱ میلی متر در دقیقه انجام شد سپس با استفاده از رابطه ۱ استحکام فشاری برحسب مگاپاسکال تعیین گردید:

$$C = 4P/\pi d^2 \qquad (۱)$$

که در این رابطه C اســـتحکام فشـــاری، P حداکثر نیروی شکست برحسب نیوتن، d قطر نمونه برحسب میلی‌متر می باشد. جهت انجام آزمون میکروسختی نیز نمونه‌هایی استوانه ای به قطر mm ۶ و ارتفاع mm ۱۲ ساخته شده و نمونه‌ها با پلی‌ا ستر مانت کردیم. سپس تو سط د ستگاه راکول C با اعمال بار N ۲۰ میکروســـختی کامپوزیت‌ها به‌دســـت آمد. همچنین جهت تعیین چقرمگی شکست، نمونه‌هایی ا ستوانه ای شکل به قطر mm ۱۲ و ارتفاع mm ۶ ساخته شدند و تو سط پلی‌ا ستر مانت کردیم و تو سط د ستگاه ماکرو سختی KOOPA مدل UV1، با ایجاد اثر سختی در سطح و ایجاد ترک‌هایی در رئوس اثر ســختی، توســط رابطه طول ترک و مقدار نیروی اعمالی (رابطه ۲)، چقرمگی شکست را محاسبه می‌کنیم.

$$K_{IC}=0.0889[H_V .P/\sum C_i]^{1/2} \qquad (۲)$$

در رابطه فوق، K_{IC} چقرمگی شکست، H_V میکرو سختی، P نیروی اعمالی، C طول ترک به اضافه نصف قطر اثر سختی می‌باشد.

۲-۴- آزمون ارزیابی رهایش فلوراید (ICP)

به منظور بررسی تأثیر نانوذرات دیوپسید بر خاصیت رهایش فلوراید نانوکامپوزیت‌های سیمان گلاس آینومر دیوپ سید، از آزمون رهایش فلوراید ا ستفاده شد. به این منظور، سه نمونه سـیمان گلاس آینومر (به عنوان نمونه شـاهد) سـه نمونه نانوکامپوزیت GIC-4wt.%DIO مورد آزمایش قرار گرفت و نتایج به صورت میانگین و انحراف معیار گزارش شد .نمونه ها به صورت ا ستوانه‌هایی به قطر mm ۶ و ارتفاع mm ۱۲ مطابق بخش‌های قبل ساخته شدند. این آزمون در یک دوره ۱۴ روزه انجام شد، بدین ترتیب که ابتدا هر نمونه به صورت مجزا در یک لوله آزمایش حاوی ۱۵ میلی‌لیتر بزاق مصنوعی قرار داده شد. در این آزمایش از لوله‌های پلاستیکی در بسته یک شکل و با حجم ۱۵ میلی‌لیتر استفاده شد چرا که ظروف شیشه‌ای باعث جذب و نشر فلوراید می شوند [۱۴]. ترکیب بزاق مصنوعی در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱- ترکیب بزاق مصنوعی مورد استفاده در آزمون رهایش فلوراید [۱۵]

نوع ماده	مقدار (میلی‌گرم بر لیتر)
NaCl	۱۲۵/۶
KCl	۹۶۳/۹
KSCN	۱۸۹/۲
KH2PO4	۶۵۴/۵
CaCl2.2H2O	۲۲۷/۸
NaHCO3	۶۳۰/۸
Na2SO4.10H2O	۷۶۳/۲
NH4Cl	۱۷۸
Urea	۲۰۰
pH	۶/۸

میزان فلوراید آزاد شـده پس از روزهای اول، سـوم، هفتم و چهاردهم غوطه‌وری اندازه‌گیری و ثبت شـــد. در پایان هر کدام از این دوره‌ها، هر نمونه پس از خروج از لوله آزمایش، ابتدا با آب دو بار یونیزه شده، شستشو داده شد و این آب به

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

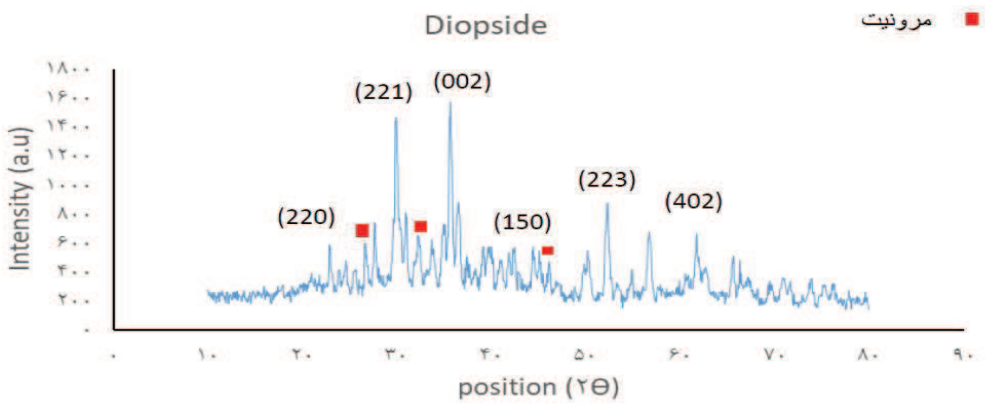
[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

محلول قبلی اضافه گردید. سپس نمونه پس از خشک شدن در محلول تازه بزاق م صنوعی (به منظور جلوگیری از ا شباع محلول توســط یون فلوراید) قرار گرفت. در طول دوره آزمایش، نمونه‌ها در حمام بن‌ماری با دمای ۳۷ درجه سانتی گراد نگهداری شدند.

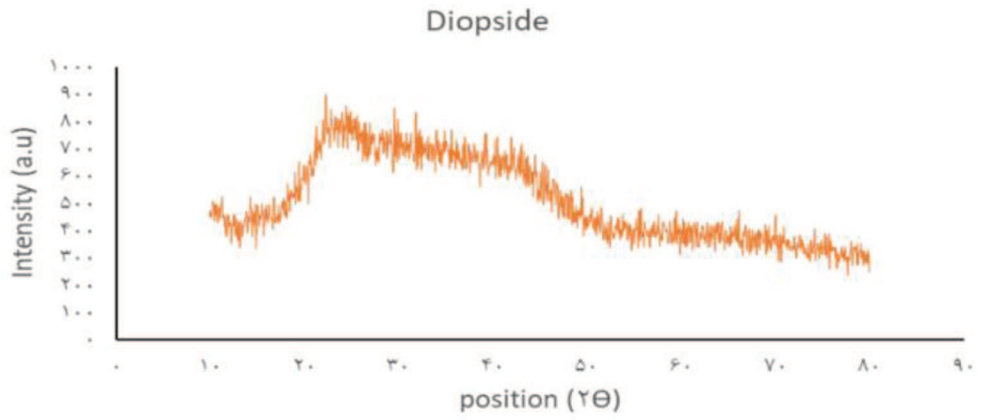
۳- نتایج و بحث

۳-۱- مشخصه یابی نانوذرات دیوپسید

الگوی پراش پرتو ایکس نانوذرات دیوپســید تهیه شــده به روش سل- ژل، پس از عملیات کلسینه کردن در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، در شکل ۱ ارائه شده ا ست. ت شکیل فاز خالص و کاملاً کریستالی ذرات دیوپسید از طریق مقایسه زاویه و شــدت پیک‌های پراش با اطلاعات موجود در کارت های ا ستاندارد JCDPS18 با شماره کارت ۴۵۶۰-۰۰۱۱- ۰۰ تایید شد و مشابه نتایج سایر پژوهشگران می‌باشد. همچنین در شکل ۲ آنالیز XRD از محصول به‌دست آمده از خشــک‌کن که ماده‌ای آمورف می‌باشــد و هنوز به مرحله‌ی کلسیناسیون نرفته را مشاهده می‌کنیم.



شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس نانوذرات دیوپسید پس از عملیات کلسینه کردن در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد (کلیه پیک‌ها مربوط به دیوپسید می‌باشد.)



شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس پودر دیوپسید خشک‌شده تحت دمای ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴ ساعت

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

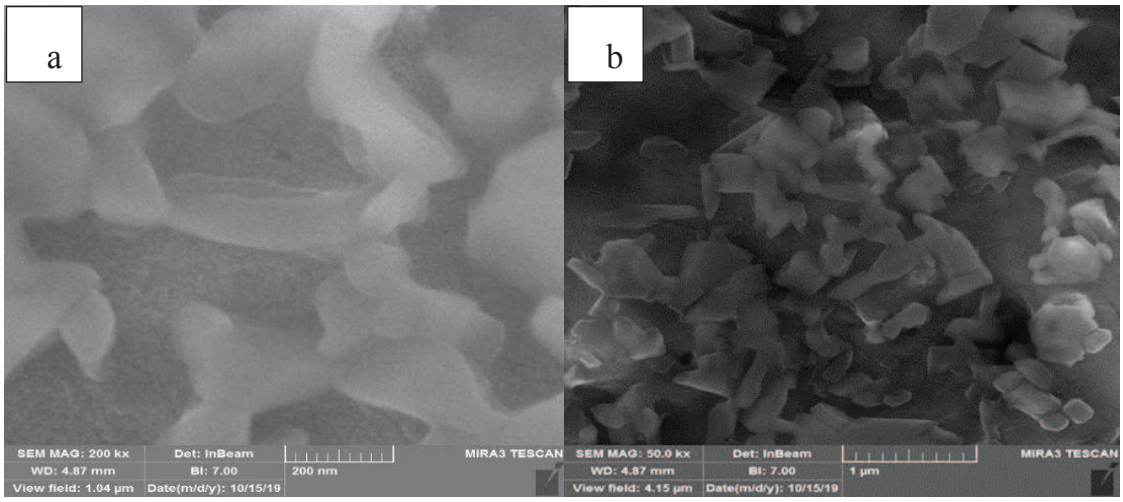
۳-۲- تصاویر FESEM نانوذرات دیوپسید در بزرگنمایی‌های مختلف

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM) ذرات دیوپسید در شکل ۳ نشان می‌دهد اندازه‌ی ذرات بسیار ریز (در حد نانو) با آگلومره‌های درشت می‌باشد. حصول این شکل و اندازه برای ذرات دیوپسید به دلیل روش ساخت (روش سل-ژل) و انرژی سطحی بسیار بالای آن می‌باشد. مورفولوژی ذرات به صورت کروی و الیافی می‌باشد. یعنی به صورتی که ابتدا مورفولوژی کروی بوده و تمایل به الیافی شدن نشان داده است که نتیجه مطلوبی برای ما می‌باشد. زیرا مورفولوژی الیافی باعث بهبود خواص مکانیکی مورد نظر ما می‌شود.

۳-۳- آنالیز DTA

پس از اینکه محلول به‌دست آمده از سنتز دیوپسید را در خشک‌کن تحت دمای ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴ ساعت قرار دادیم، با گذشت ۲۴ ساعت پودر نسبتا خشک به دست آوردیم و برای تعیین دمای تبلور، آنالیز DTA انجام دادیم که تحولات اندوترمیک و اگزوترمیک در دماهای مختلف را مشخص کند. با توجه به شکل ۳-۱ در دماهای ۱۴۳ و ۱۸۷ درجه سانتی‌گراد دو پیک اندوترمیک مشاهده می‌شود که با توجه به قسمت ۳-۲-۱ که جلوتر به آن خواهیم رسید، مربوط به واکنش خروج رطوبت می‌باشد.

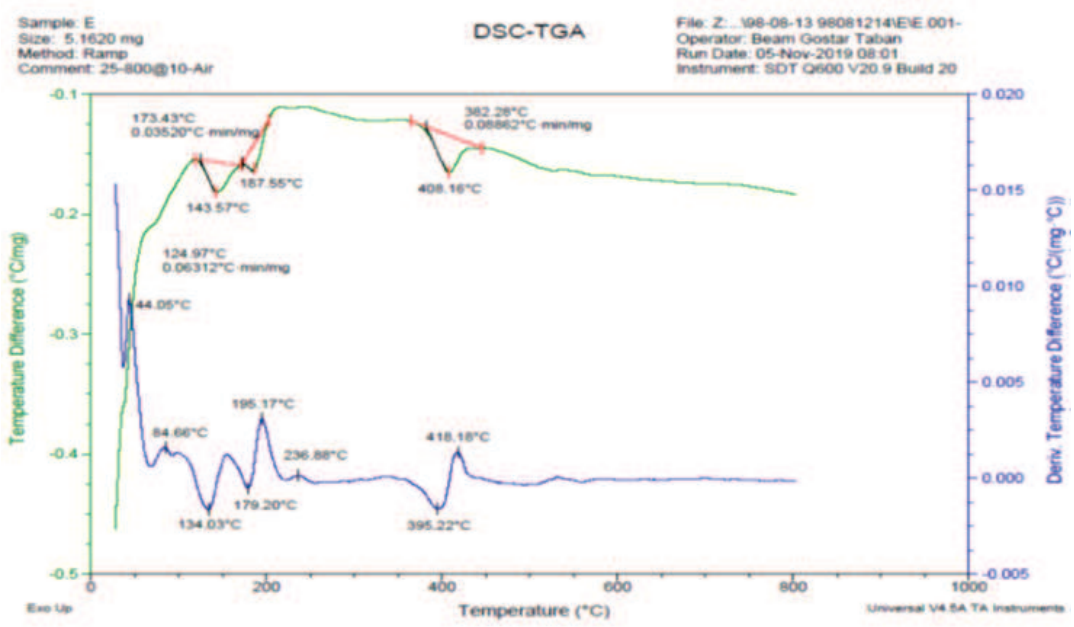
همچنین در دمای ۴۰۸ درجه سانتی‌گراد یک پیک اندوترمیک دیگر نیز دیده می‌شود که احتمالا مربوط به خروج مواد آلی می‌باشد [۹۰]. در دماهای حدود ۵۶۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، دو پیک اگزوترمیک دیده می‌شود که برای حصول اطمینان با دیفرانسیل‌گیری از اگوی DTA متوجه دو پیک اگزوترمیک در دماهای مذکور شدیم. همان‌طور که می دانیم فرایند تبلور، یک فرایند گرماده می‌باشد؛ یعنی سیستم می‌خواهد انرژی خود را کاهش دهد و پایدار شود. در نتیجه درمیابیم که پودر دیوپسید در دمای حدود ۶۰۰ درجه سانتی گراد متبلور می‌شود.



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان دهنده اندازه ذرات دیوپسید a) بزرگنمایی ۱ میکرومتر و b) بزرگنمایی ۵۰۰ نانومتر

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]



شکل ۴- آنالیز DTA از ذرات دیوپسید خشک‌شده تحت دمای ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد.

جهت اطمینان از انجام کامل واکنش‌ها، دمای تبلور ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد در نظر گرفته شد. چون نرخ افزایش دما ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه است، لذا امکان نگه داری در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد وجود ندارد، بنابرین دمای تبلور را بیش‌تر انتخاب کردیم. از طرفی بعد از ۶۰۰ درجه سانتی گراد تا دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، تحول دیگری نداریم و همین امر این فرصت را ایجاد کرد که دما را افزایش دهیم.

۳-۴- آنالیز FT-IR از نانوذرات دیوپسید

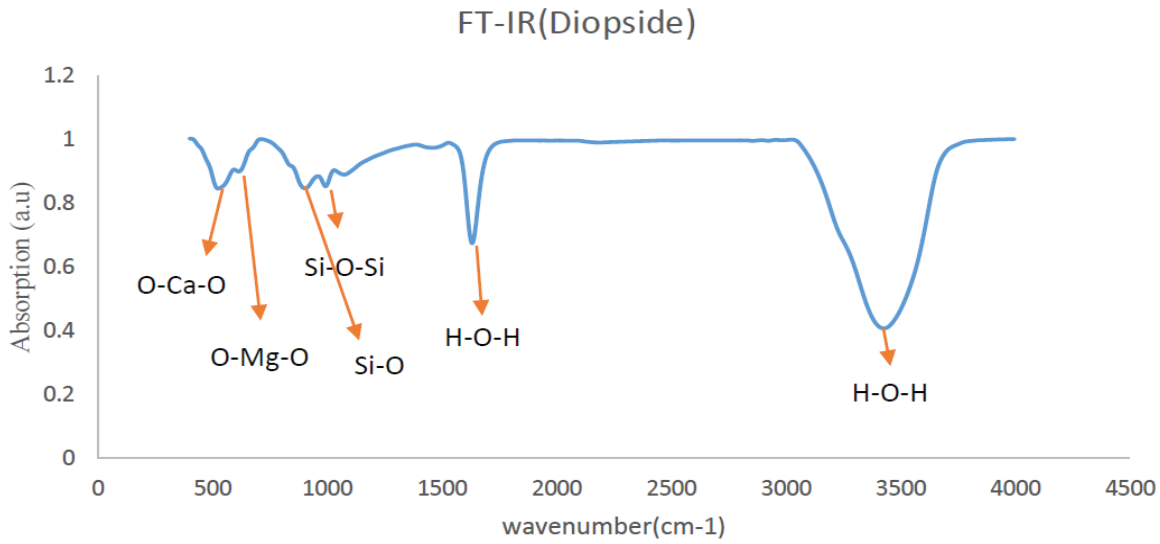
همان طور که در شکل۵ مشاهده می‌شود، پیک‌های مشاهده شده در طول موج‌های cm^{-1} ۵۰۰-۴۸۰ مربوط به پیوند O-Ca-O می‌باشد. پیک واقع در cm^{-1} ۵۳۰-۵۲۰ مربوط به باند O-Mg-O می‌باشد. پیک‌های واقع در cm^{-1} ۱۲۰۰-۱۰۰۰ و cm^{-1} ۸۰۰ و cm^{-1} ۶۰۰ به ترتیب مربوط به ارتعاشات کششی نامتقارن گروه‌های (Si-O-Si) و ارتعاشات خمشی گروه‌های (Si-O) است. همچنین پیک مربوط به ارتعاشات کششی متقارن (Si-O-Si) نزدیک به طول موج cm^{-1} ۸۰۰ می‌باشد. پیک‌های مشاهده شده در محدوده cm^{-1} ۳۵۰۰-۳۰۰۰ و cm^{-1} ۱۶۳۰ به ترتیب مربوط به ارتعاشات کششی و خمشی گروه‌های عاملی (OH) پیوندی است که با اتم Si پیوندهای (Si-OH) را تشکیل داده‌اند [۱۸ و ۱۹]. پیوندهای فلزی معمولا در طول موج های کوتاه جذب می‌شوند (زیر cm^{-1} ۱۲۰۰). همچنین در توجیه حضور گروه عاملی (OH) در محدوده cm^{-1} ۳۵۰۰ می توان به جذب رطوبت از هوا [۲۰] ربط داد.

۳-۵- ارزیابی رهایش فلوراید

نتایج حاصل از آزمون رهایش فلوراید به روش ICP پس از ۱۴ روز غوطه‌وری نمونه‌ها در محلول بزاق مصنوعی برای سیمان گلاس آینومر و همچنین نانوکامپوزیت (GIC-4wt.%DIO) در جدول ۲ و شکل ۶ آورده شده است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]



شکل ۵- طیف تبدیل فوریه فروسرخ نانوذرات دیوپسید

جدول ۲- میزان فلوراید آزاد شده از سیمان گلاس آینومر و نانوکامپوزیت سیمان گلاس آینومر- دیوپسید بر حسب ppm در طی ۱۴ روز غوطه‌وری در بزاق مصنوعی.

درصد وزنی نانوذرات دیوپسید	روزهای اندازه‌گیری			
	۱	۳	۷	۱۴
۰	3/2	1/4	1/1	0/6
۴	2/1	1/1	0/43	0/2



شکل ۶- میزان فلوراید آزاد شده از سیمان گلاس آینومر و نانوکامپوزیت سیمان گلاس آینومر-دیوپسید بر حسب ppm در طی ۱۴ روز غوطه وری در بزاق مصنوعی.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

نتایج به صورت میانگین و انحراف معیار گزارش شده است. روش انجام تحلیل آماری با اســتفاده از تحلیل واریانس یک سویه بین گروه‌های آماری، در پیوست ارائه شده است و در ادامه به خلاصــه‌ای از این نتایج اشــاره می‌شــود. بر اســاس مطالعات آماری انجام شده با استفاده از تحلیل واریانس یک سویه، اثر روز بر میانگین غلظت فلوراید نمونه شاهد معنادار بود. (P= 0.0001<0.05) با مقایســه دو به دو گروه‌های آماری، بین مقادیر میانگین غلظت فلوراید در تمامی روزها اختلاف معناداری وجود داشت. همچنین بر اساس مطالعات آماری انجام شده با استفاده از تحلیل واریانس یک سویه، اثر روز بر میانگین غلظت فلوراید نانوکامپوزیت ســیمان گلاس آینومر دیوپسید نیز معنادار بود.

(P= 0.001<0.05) با مقایســه دو به دو گروه‌های آماری، بین مقادیر میانگین غلظت فلوراید در تمامی روزها اختلاف معناداری وجود داشت به جز بین روز سوم و هفتم و همچنین بین روز هفتم و چهاردهم که اختلاف معناداری مشــاهده نشد.

با توجه به شکل ۶ و جدول ۲، نانوکامپوزیت گلاس آینومر-دیوپســید خواص مکانیکی مطلوب‌تر، ولی میزان رهایش فلوراید کم‌تری نســبت به ســیمان گلاس آینومر دارد. ولی کاهش میزان رهایش فلوراید، ناچیز بوده و مشــکلی در استفاده از دیوپسید به وجود نمی‌آورد.

۳-۶- ارزیابی خواص مکانیکی

نتایج حاصل از آزمون‌های استحکام فشاری و میکروسختی و چقرمگی شــکســت ســیمان گلاس آینومر و همچنین نانوکامپوزیت حاوی درصــدهای وزنی مختلف نانوذرات دیوپسید را به‌دست آوردیم (جدول‌های ۳ و ۴ و ۵). بر اساس مطالعات آماری انجام شده با استفاده از تحلیل واریانس یک ســویه، اختلاف مقادیر نتایج بین تمامی گروه‌های آماری معنادار بود.

جدول ۳- استحکام فشاری نانوکامپوزیت گلاس آینومر دیوپسید با درصدهای وزنی مختلف دیوپسید

درصد وزنی دیوپسید	استحکام فشاری (MPa)
0	349/5
2	641/3
4	1155/7
6	826/8

جدول ۴- میکروسختی نانوکامپوزیت گلاس آینومر دیوپسید با درصدهای وزنی مختلف دیوپسید

درصد وزنی دیوپسید	میکرو سختی (HV)
0	113/7
2	115/4
4	148
6	94/07

جدول ۵- چقرمگی شکست نانوکامپوزیت گلاس آینومر دیوپسید با درصدهای وزنی مختلف دیوپسید

درصد وزنی دیوپسید	چقرمگی شکست ($MPa.m^{1/2}$)
0	2/743
2	3/5
4	5/189
6	2/76

نتایج آزمون اســتحکام فشــاری با افزایش درصــد وزنی نانوذرات دیوپســید تا ۴ درصــد وزنی، از ۴۱/۷ تا ۱۱۲/۵ مگاپاسکال افزایش یافته است، یعنی به میزان حدود ۲۳۰٪ افزایش رخ می‌دهد که در مقایســه با ۲ درصــد و ۶ درصــد دیوپسید، بیش‌ترین افزایش می‌باشد. همچنین میکروسختی

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

در ۴ درصد وزنی دیوپسید، از ۱۱۳/۷ HV به ۱۴۸ HV افزایش یافته است که میزان افزایش ۳۰٪ را نشان می‌دهد که در مقایه با سایر افزودنی‌های دیوپسید، بیش‌ترین مقدار می‌باشد و همچنین بیش‌ترین مقدار چقرمگی شکست، در کاکپوزیت GIC-4%W_t بود که مقداری برابر ۱۵/۱۸۹ MPa.$m^{1/2}$ ست و در مقایسه با گلس آینونر بدون افزودنی که چقرمگی شکستی برابر ۲/۷۴۳ MPa.$m^{1/2}$ دارد، رشد ۸۹٪ دارد.

در مقادیر بیش‌تر از ۴ درصد وزنی دیوپسید، استحکام فشاری و میکرو سختی و چقرمگی شکست هر سه سیر نزولی پیدا می‌کنند که می‌تواند به‌دلیل کاهش نیروهای پیوندی و اتصال‌دهنده میان جزء سرامیکی و پلیمری سیمان گلاس آینومر باشد. در اینجا ذرات خارجی دیوپسید همانند یک مانع عمل‌کرده و از اتصال کامل اجزای سیمان گلاس آینومر ممانعت می‌کنند [۱۸، ۲۶، ۳۰].

۴- نتیجه‌گیری

مهم‌ترین نتایج حاصل از این پژوهش عبارتند از:

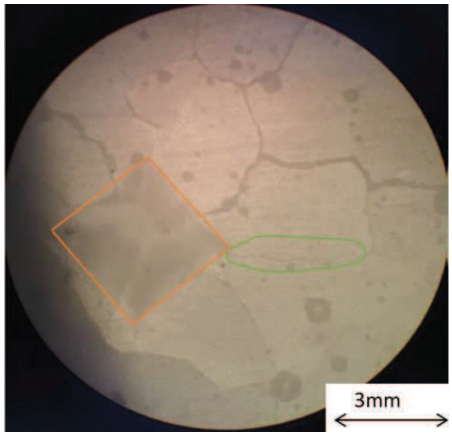
۱- نانوذرات دیوپسید به روش سل ژل ساخته شد و نتایج آنالیز فازی (پراش پرتو ایکس)، تشکیل فاز خالص و کریستالی این بیوسرامیک را تأیید نمود.

۲- نانوکامپوزیت سیمان گلاس آینومر دیوپسید ساخته شد و تأثیر افزودن نانوذارت دیوپسید بر خواص مکانیکی، رهایش فلوراید آن بررسی شد.

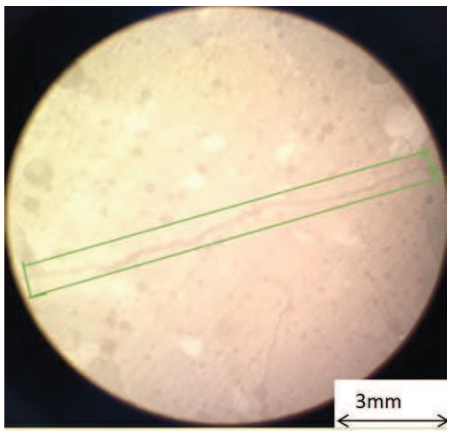
۳- افزودن نانوذارت دیوپسید به جزء سرامیکی سیمان گلاس آینومر، باعث کاهش اندک در میزان رهایش فلوراید می‌شود.

۴- درصد بهینه نانوذرات دیوپسید جهت افزایش همزمان استحکام فشاری، میکروسختی سیمان گلاس آینومر، چهار درصد وزنی می‌باشد، به گونه‌ای که استحکام فشاری، میکرو سختی سیمان گلاس آینومر به ترتیب حدود ۱۷۰ در صد و ۷۵ درصد می‌باشد که این افزایش در مقایسه با دیگر پژوهشگران چشمگیر است.

۵- نانوکامپوزیت‌های ساخته شده، به دلیل خواص مکانیکی و رهایش فلوراید مطلوب، به عنوان گزینه مناسبی برای ترمیم‌های دندانی و کاشتنی‌های ارتوپدی تحت بار پیشنهاد می‌شوند.



الف



ب

شکل ۷- تصاویر میکروسکوپ نوری از اثر سختی تحت نیروی 200 N و ترک‌های ایجاد شده در رئوس اثر سختی. الف: نانوکامپوزیت گلاس آینومر فاقد فورستریت. ب: نانوکامپوزیت گلاس آینومر فورستریت با ۲درصد وزنی فورستریت.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

مراجع

[1] Khan, A.S., Khan, M. and R., I.U., "Nanoparticles, Properties, and Applications in Glass IonomerCements", Nanobiomaterials Clinical Dentistry, vol. 5, pp. 94-97, 2013.

[2] Moshaverinia, A., Ansari, S., Moshaverinia, M., Roohpour, N., Darr, J.A. and Rehman, I., "Effects ofincorporation of hydroxyapatiteand fluoroapatitenanobioceramics into conventional glass ionomer cements (GIC)", ActaBiomaterials, vol. 4, pp. 432-440, 2008.

[3] Wilson, A.D. and Kent, B.E.,"A new translucent cement for densitythe glass ionomer cement", British Dental Journal, vol. 132, pp. 133-135, 1972.

[4] Schmitt, W., Purrman, R., Jochum, P. and Gasser, O., "Mixing component for dental glass ionomercements", US Patent, No. 4360605, 1982.

[5] Urpo, H.Y., Narhi, M. and Narhi, T., "Compound changes and tooth mineralization effects of glassionomer cements containing bioactive glass (S53P4), an in vivostudy", Biomaterials, vol. 26, pp. 5934-5941, 2005.

[6] Xie, D., Brantley, W.A., Culbertson, B.M. and Wang, G., "Mechanical properties and microstructures of glass-ionomercements", Dental Materials, vol. 16, pp. 129–138, 2000.

[7] Nonami, T. and Tsutsumi, S., "Study of diopside ceramics for biomaterials", Journal of Matererials. Science.: Materials in Medicine, vol. 10, pp. 475-479, 1999.

[8] Wu, C. and Chang, J., "A review of bioactive silicate ceramics", Biomedical Materials, vol. 8, pp. 1-12, 2013.

[9] Iwata, N.Y., Lee, G.H., Tsunakawa, S., Tokuoka, Y. and Kawashima, N., "Preparation ofdiopside withapatite-forming ability by sol–gel process using metal alkoxide and metal salts", Colloids Surface B, vol. 33, pp. 1-6, 2004.

[10] Zhang, M., Liu, C., Zhang, X., Pan, S. and Xu, Y., "Al_2O_3/diopside ceramic composites and theirbehavior in simulated body fluid", Ceramic International, vol. 36, pp. 2505-2509, 2010.

[11] Zhang, M., Liu, C., Sun, J. and Zhang, X., "Hydroxyapatite/diopside ceramic composites and theirbehaviour in simulated body fluid", Ceramic International, vol. 37, pp. 2025–2029, 2011.

[12] Xihua, Z., Changxia, L., Musen, L., Yunqiang, B. and Junlong, S., "Fabrication of hydroxyapatite/ diopside/ alumina composites by hot-press sintering process", Ceramic International, vol. 35, pp. 1969–1973, 2009.

[13] Liu, C., Sun, J., and Xie, Z., "Microstructures and sintering kinetics of pressureless sintered aluminadoped with diopside and AlTiB", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 546, pp. 102-106, 2013.

[14] Luhres A.K., Geurtsen, "The application of silicones and silicates in dentistry: A review", Biosilica in evolution,morphologenisis and nanobiotechnology, progress in molecular and subcellular biotechnology, Muller W.E.G. and Grachev M.A. (eds), Vol. 47, 2009, pp. 359-380.

[15] Dastjerdi, R. and Montazer, M., "A review on the application of inorganic nano-structured materials in the modification of textiles: focus on anti-microbial properties", Colloids and Surfaces, vol. 79, pp. 5-18, 2010.

[16] Hobekast, L.V., Camacho, G.B. and Demarco, F.F., "Tensile bond strength and flexural modulus of resin cements – influence of the fracture resistance of

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

144, pp.623-632, 2014.
[25] Moshaverinia, A., Ansari, S., Movasaghi, Z., Billington, R.W., Darr, J.A. and Rehman, I.U., "Modification of conventional glass-ionomer cements with N-vinylpyrrolidone containing polyacids, nanohydroxy and fluoroapatite to improve mechanical properties ", Dental Materials, vol. 24, pp. 1381-1390, 2008.
[26] Sumit, G., Rajkamal, B. and Sampath, T.S., "Effects of nanocrystalline calcium deficient hydroxyapatite incorporation in glass ionomer cements ", Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, vol. 7, pp. 69-76, 2012.
[27] Rajabzadeh, G., Salehi, S., Nemati, A., Tavakoli, R. and Hashjin, M.S., "Enhancing glass ionomer cement features by using the HA/YSZ nanocomposite: A feed forward neural network modeling", Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, vol. 29, pp. 317-327, 2014.
[28] Khademolhosseini, M.R., Barounian, M.H., Eskandari, A., Aminzare, M., Zahedi, A.M. and Ghahremani, D., "Development of New Al_2O_3/TiO_2 Reinforced Glass-Ionomer Cements (GICs) Nano- Composites", Journal of Basic Applcation of Science and Research, vol. 8, pp. 7526-7529, 2012.
[29] Gu, Y.W., Yap, A.U.J., Cheang, P. and Kumar, R., "Spheroidization of glass powders for glass ionomer cements", Biomaterials, vol. 25 pp. 4029– 4035, 2004.
[30] Lucas, M.E., Arita, K. and Nishino, M., "Toughness, bonding and fluoride release properties of hydroxyapatite-added glass ionomer cement", Biomaterials, vol. 24, pp. 3787–3794, 2003.
[31] Upadhya, P.N. and Kishore, G., "GlassIonomer Cement –The Different Generations", Trends in Biomaterials ArtificalOrgans, vol. 18, pp. 158-165,
teeth restored with ceramic inlays", Journal of Operative Dentistry, vol. 32, pp. 488-495, 2007.
[17] Elsaka, S.E., Hamouda, I.M. and Swain, M.V., "Titanium dioxide nanoparticles addition to a conventionalglass-ionomer restorative: Influence onphysical andantibacterial properties", Journal of Dentistry, vol. 39, pp. 589 – 598, 2011.
[18] Gu, Y.W., Yap, A.U.J., Cheang, P. and Khor, K.A., "Effects of incorporation of HA/ZrO_2 into glass ionomer cement (GIC) ", Biomaterials, vol. 26, pp. 713–720, 2005.
[19] Sayyedan, F.S., Fathi, M.H., Edris, H., Doostmohammadi, A. and Hanifi, A., "Effect of forsterite nanoparticles on mechanical properties of glass ionomer cements", Ceramic International, vol. 40, pp. 10743–10748, 2014.
[20] Torkian, L., Salehi, P., Dabiri, M. and Kharrazi, S.,"Synthesis and Catalytic Applicationsof Sulfonic Acid Group–Functionalized-Nano and Microsilica Structures", Synthetic Communications, vol. 41, pp. 2115-2122, 2012.
[21] Razavi, Fathi M.H, , Savabi O., Vashaee D., and Tayebi, L., "In vitro study of nanostructured diopside coating on Mg alloy orthopedic Implants", Materials Science and Engineering C., vol.41, pp.168- 177. 2014.
[22] Rahman, I.A. and Padavettan, V., "Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size-Dependent Properties, SurfaceModification, and Applications in Silica-Polymer Nanocomposites-A Review", Journal of Nanomaterials, vol. 2012, pp. 1-15, 2012.
[23] Patel, B.H., and Patel, P.N., "Synthesis and Characterization of Silica Nano-Particles by Acid Leachin Technique", Research Journal of Chemical Science, vol. 4, pp. 52-55, 2014.
[24] Siddiqui, Z.N., Khan, K.and Ahmed, N., "Nano Fibrous Silica Sulphuric Acid as an Efficient Catalyst for the Synthesis of β- Enaminone", CatalysisLetters, vol.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

2005.
[32] Culberston, B.M., "Glass-ionomer dental restoratives", Progress in Polymer Science, vol. 26, pp. 577- 604, 2001.
[33] Bertolini, M.J., Zaghete, M.A., Gimenes, R., Padovani, G.C. and Cruz, C.A.S., "Preparation and evaluation of an experimental luting glass ionomer cement to be used in dentistry", Journal of Materials Science: Materials in Medicine, vol. 20, pp. 1781-1785, 2009.
[34] Ansari, S., M., Moshaverinia, Roohpour, N., Chee, W.W.L., Schricker, S.R.and Moshaverinia, A., "Properties of a proline-containing glass ionomer dental cement", The Journal of Prosthetic Dentistry, vol. 110, pp. 409-413, 2013.
[35] Ana, I.D., Matsuya, S., Ohta, M., and Ishikawa, K.," Effects of added bioactive glass on the setting and mechanical properties of resin-modified glass ionomer cement", Biomaterials, vol. 24, pp. 3061–3067, 2003.
[36] Xie, D., Brantley, W.A., Culbertsonb, B.M. and Wang, G., "Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements", Dental Materials, vol. 16, pp. 129–138, 2000.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]

Iranian Journal of
Ceramic Science & Engineering
Vol. 10, No. 3, 2021

Evaluation of the increase in mechanical properties of ionomer glass cements by adding diopside synthesized by sol-gel method

Ali Maleki [1,*], Mohammad Taghi Hamedani [2], Farina Moghaddam [3], Reza Najafi [4]

[1] Phd student of Materials Engineering (University of Tabriz)
[2] Assistant Professor of Materials Engineering (University of Tabriz)
[3] Master student of Materials Engineering (University of Tabriz)
[4] Master student of Materials Engineering (University of Tabriz)

* ali.maleki7372@yahoo.com

Abstract: The aim of the present study was to fabricate a nanocomposite of diopside glass ionomer cement and to investigate the effect of adding diopside bioceramic nanosheets to the ceramic component of glass ionomer cement, in order to improve its mechanical and bioactive properties. For this purpose, diopside nanoparticles (DIO) with chemical composition ($CaMgSi_2O_6$) were made by sol-gel method. In order to identify the fuzzy structure, grain size and morphology of diopside nanoparticles, X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) tests were used, respectively. Infrared Fourier transform spectroscopy (FTIR) was used to confirm the presence of groups (SO_3H) on the surface of silica nanoparticles. Then, 2, 4 and 6% by weight diopside nanoparticles were added to the ceramic component of commercial glass ionomer cement (Fuji II GIC) and glass ionomer cement nanocomposites were made. In order to investigate the mechanical properties of the manufactured nanocomposites, the samples were subjected to compressive strength and micro-hardness tests. In order to evaluate the fluoride release properties of the manufactured nanocomposites, the fluoride release test in artificial saliva was used. The results of X-ray diffraction test confirmed the composition of pure nanocrystalline diopside. The results of infrared Fourier transform spectroscopy test confirmed the presence of groups (SO_3H) on the surface of silica nanoparticles. The highest simultaneous increase in compressive strength, microhardness and fracture toughness was observed in nanocomposite (GIC-4wt.% DIO). The results of fluoride release test (ICP) showed that the amount of fluoride released from the produced nanocomposites is slightly less than glass ionomer cement. Scanning electron microscopy and infrared Fourier transform spectroscopy confirmed the bioactivity of the manufactured nanocomposites. Manufactured nanocomposites can be a good choice for dental restorations and orthopedic implants under load due to improved mechanical properties, desirable fluoride release and increased bioactivity.

Keywords: Glass ionomer cement, Diopside nanoparticles, Silica sulfuric acid, Mechanical properties, Fluoride release, Bioactive.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.7.0]