

doi:10.3969/j.issn.2095-4344.2012.38.004 [http://www.crter.org/crter-2012-qikanquanwen.html]

张晟, 麦理想, 柳大烈, 章锦才. 纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽的研制及力学性能[J]. 中国组织工程研究, 2012, 16(38): 7047-7052.

纳米Ag/TiO₂涂层托槽的研制及力学性能*☆

张晟¹, 麦理想², 柳大烈³, 章锦才¹

文章亮点: 采用溶胶-凝胶法制备不同退火温度下的纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽, 发现纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽表面粗糙度与普通商业用托槽差别无差异, 且具有良好的力学性能, 能够满足口腔正畸临床需要。

关键词: 正畸托槽; 纳米 TiO₂; 纳米银; 表面粗糙度; 结合强度; 生物材料

摘要

背景: 前期实验发现纳米 Ag 可以原子态沉积于纳米 TiO₂ 涂层表面, 增强涂层的可见光催化抗菌性能。

目的: 研制纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽, 并分析其力学性能。

方法: 使用溶胶-凝胶法制备不同退火温度下的纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽, 在扫描电镜下观察纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽的表面形貌; 测量普通金属托槽、纳米 TiO₂ 涂层托槽和各组纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽的表面粗糙度; 采用划痕实验法检测纳米 TiO₂ 涂层和各组纳米 Ag/TiO₂ 涂层与基体托槽的结合强度。

结果与结论: 纳米 Ag/TiO₂ 涂层厚度约 120 nm, 为具有严整组织结构的纳米颗粒膜, 表面平整、光滑、光洁度高, 并可见 Ag 颗粒沉积在涂层上。纳米 TiO₂ 涂层托槽和各组纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽表面粗糙度与普通商业用托槽差别无差异 ($P > 0.05$); 纳米 TiO₂ 涂层、120, 200, 300 °C 退火温度纳米 Ag/TiO₂ 涂层与基体托槽的结合强度分别为 1.18, 1.16, 1.12, 1.26 kg。表明研制的纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽具有良好的力学性能, 可以满足口腔正畸临床需要。

Development of a nanometer Ag/TiO₂ coated bracket and its mechanical properties

Zhang Sheng¹, Mai Li-xiang², Liu Da-lie³, Zhang Jin-cai¹

Abstract

BACKGROUND: In our prophase study, Ag can be deposited on TiO₂ films, which can enhance the antibacterial effect of TiO₂ coated films.

OBJECTIVE: To develop a nanometer Ag/TiO₂ coated bracket and to study its mechanical properties.

METHODS: The nanometer Ag/TiO₂ coated bracket was prepared using sol-gel method at different annealing temperatures. Scanning electron microscope was used to study the surface morphology of Ag/TiO₂ coated bracket. The surface roughness of metal bracket, nanometer TiO₂ coated bracket and nanometer Ag/TiO₂ coated bracket was measured. The combination intensity of TiO₂ and Ag/TiO₂ coatings with brackets was measured by scratch test.

RESULTS AND CONCLUSION: Nanometer Ag/TiO₂ film was 120 nm in deepness, and it was a nanoparticle film with a thorough tissue structure. Ag particles were visibly deposited on the film surface that was flat, smooth, and highly polished. There were no significant differences among the surface roughness of nanometer TiO₂ coated brackets, nanometer Ag/TiO₂ coated brackets and brackets used commercially ($P > 0.05$). The combination intensities of nanometer TiO₂ and Ag/TiO₂ coatings with brackets at annealing temperatures of 120, 200 and 300 °C were 1.18, 1.16, 1.12 and 1.26 kg, respectively. These findings indicated that nanometer Ag/TiO₂ coated bracket was developed successfully and it had good mechanical properties that could meet the clinical demand of orthodontics.

Zhang S, Mai LX, Liu DL, Zhang JC. Development of a nanometer Ag/TiO₂ coated bracket and its mechanical properties. Zhongguo Zuzhi Gongcheng Yanjiu. 2012;16(38): 7047-7052.

¹广东省口腔医院·南方医科大学附属口腔医院正畸科, 广东省广州市 510280; ²中山大学光华口腔医学院·附属口腔医院正畸科, 广东省广州市 510055; ³南方医科大学珠江医院整形美容科, 广东省广州市 510200

张晟☆, 女, 1983年生, 安徽省合肥市人, 汉族, 南方医科大学在读博士, 医师, 主要从事整形外科学研究。
65071863@qq.com

通讯作者: 章锦才, 广东省口腔医院·南方医科大学附属口腔医院, 广东省广州市 510280
jincaizhang@live.cn

中图分类号: R318
文献标识码: A
文章编号: 2095-4344 (2012)38-07047-06

收稿日期: 2012-05-05
修回日期: 2012-05-22
(20120415012/GW-W)

¹Department of Orthodontics, Guangdong Provincial Stomatological Hospital & the Affiliated Stomatology Hospital of Southern Medical University, Guangzhou 510280, Guangdong Province, China;
²Department of Orthodontics, Guanghua Stomatological College & the Affiliated Stomatology Hospital of Sun Yat-sen University, Guangzhou 510055, Guangdong Province, China;
³Department of Plastic Surgery, Zhujiang Hospital of Southern Medical University, Guangzhou 510200, Guangdong Province, China

Zhang Sheng[☆], Studying for doctorate, Physician, Department of Orthodontics, Guangdong Provincial Stomatological Hospital & the Affiliated Stomatology Hospital of Southern Medical University, Guangzhou 510280, Guangdong Province, China
 65071863@qq.com

Corresponding author: Zhang Jin-cai, Department of Orthodontics, Guangdong Provincial Stomatological Hospital & the Affiliated Stomatology Hospital of Southern Medical University, Guangzhou 510280, Guangdong Province, China
 jincaizhang@live.cn

Supported by: the Medical Science and Technology Research Foundation of Guangdong Province, No. B2011040*

Received: 2012-05-05
 Accepted: 2012-05-22

0 引言

在口腔正畸临床上, 固定矫治技术是治疗的主要方法, 其核心装置为托槽, 但托槽结构复杂, 易导致菌斑附着增加并改变口腔菌群微环境, 增加牙釉质脱矿及牙周损害的危险性^[1-2]。如何预防并减少龋病及牙周炎症的发生率已引起国内外众多学者的关注^[3]。改进托槽材质在改善托槽表面性能的同时使其具有抑制、杀灭口腔细菌的性能是控制菌斑附着的重要方法之一。

纳米抗菌材料是目前口腔材料研究的热点, 为开发新型托槽材料提供了新选择^[4]。纳米Ag与无机抗菌载体纳米TiO₂的结合是新型抗菌材料研究的一个重要方向, 本课题前期研究发现纳米Ag可以原子态沉积于纳米TiO₂涂层表面, 增强涂层的可见光催化抗菌性能^[5]。基于上述工作基础, 本实验研制成纳米Ag/TiO₂涂层托槽, 并对涂层的力学性能进行初步研究, 以期推进纳米技术在口腔正畸材料领域的广泛应用。

1 材料和方法

设计: 观察学实验。

时间及地点: 于2010-11/2011-08在广东省口腔医院实验室和中山大学测试中心完成。

材料:

试剂与仪器:

试剂与仪器	来源
普通金属托槽	3M Unitek™ Gemini
磁力加热搅拌器	德国 Heidolph
真空干燥箱	上海精密实验设备有限公司
微型高速离心机	德国 Eppendorf
漩涡振荡器	美国 Scientific Industries
扫描式电子显微镜	荷兰 FEI/OXFORD/HKL
涂膜划痕测试仪	天津精科
X射线光电子能谱仪	美国 ESCA
钛酸四丁酯	天津市福晨化学试剂厂
无水乙醇、95%乙醇、乙酰丙酮、冰醋酸	天津市大茂化学试剂厂
羟基丙纤维纤维素、氢氟酸	天津市化学试剂研究所

实验方法:

试样的准备: 将普通金属托槽(3M Unitek™

Gemini Metal Brackets) 用 40% 氢氟酸与 65% HNO₃ 的混合液(体积比 3 : 7) 去除表面氧化层, 表面用 600[#]-1 200[#] 金相砂纸逐级抛光, 无水乙醇超声清洗 20 min, 蒸馏水冲洗 3 遍后干燥、备用。

TiO₂ 凝胶的制备: 使用溶胶-凝胶法制备 TiO₂ 凝胶^[6-7]。以钛酸四丁酯[Ti(OC₄H₉)₄] 为前驱物, 无水乙醇(C₂H₆O) 为溶剂, 乙酰丙酮(C₅H₈O₂) 为抑制剂。向 0.01 mol/L 用冰冷却至 2 °C 的 Ti(OC₄H₉)₄ 中缓慢加入 0.15 mol/L C₂H₆O 并快速搅拌。将 0.1 mol/L C₂H₆O、0.02 mol/L 去离子水和 0.01 mol/L C₅H₈O₂ 混合, 缓慢加入到 Ti(OC₄H₉)₄/C₂H₆O 混合液中, 快速搅拌并用冰冷却, 得到 Ti(OC₄H₉)₄/C₂H₆O/H₂O/C₅H₈O₂ 的混合液, 搅拌 2 h, 得到 TiO₂ 溶胶, 在空气中放置、陈化 48 h, 制成 TiO₂ 凝胶。Ti(OC₄H₉)₄: C₂H₆O : H₂O : C₅H₈O₂ 的摩尔比为 1 : 25 : 2 : 1, 去离子水和 C₅H₈O₂ 起水解缩聚反应, 而 C₅H₈O₂ 作为螯合剂降低 Ti(OC₄H₉)₄ 的反应性。

纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽的制备^[5,8]: 使用旋转涂敷法在普通金属托槽表面涂敷 TiO₂ 薄膜, 旋转速度为 2 000 r/min, 经过 100 °C 热处理 15 min。重复上述步骤, 可获得不同厚度的 TiO₂ 薄膜。本实验反复旋转涂敷 3 次, 使薄膜厚度控制在 120-150 nm。最后将薄膜在 500 °C 下退火 2 h 使其结晶, 冷却至室温时取出。将 TiO₂ 薄膜涂层托槽浸渍在 1 mol/L 的 AgNO₃ 溶液中 5 min, 获得 Ag/TiO₂ 薄膜, 120 °C 热处理 48 h, 然后分别在 120, 200, 300 °C 下退火 6 h, 冷却至室温时取出, 制备出不同退火温度下纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽 3 组。

扫描电镜观察: 在扫描电镜下对普通金属托槽、纳米 TiO₂ 涂层托槽和 120 °C 退火温度下纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽(不同退火温度下纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽的电镜观察比较已在前期研究中表述^[5], 在此及 X 射线光电子能谱分析选择了具有代表性的 1 组) 的表面及断面形貌、微观结构进行观察。

X 射线光电子能谱分析: 采用 ESCALab 250 光电子能谱仪, 将纳米 TiO₂ 涂层托槽及 120 °C 退火温度下的纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽涂层面向上, 放入载物台, 设置工作条件如下: 分析室工作时的真空度: -2×10⁻⁷ Pa(打开 X 射线源的情况下);

使用X光源: 单色化的Al K α 源(Mono AlK α); 能量: 1 486.6 eV, 15 kV 150 W; 束斑大小: 500 μm ; 扫描模式: CAE; 透镜模式: Large Area XL; 定性、定量分析采用Wagner (Al靶) Library; 全谱扫描: 通能为70 eV; 窄谱扫描: 通能为20 eV; 荷电校正: 以表面污染C1s(284.8eV)为标准进行能量校正。获得的数据以Excel 文档形式输出, 然后用XPS Peak 软件拟合数据。参考元素结合能数据库<http://srdata.nist.gov/xps/>, 判断元素可能的价态范围。

托槽表面粗糙度测量: 取普通金属托槽、纳米TiO₂涂层托槽及各组纳米Ag/TiO₂涂层托槽各3个, 每个试件随机取3个位置进行检测, 取样长度为0.25 mm, 评定长度为2 mm, 以Ra值为统计指标, 计算平均值及标准差。

涂层与托槽表面结合强度分析: 采用划痕实验法检测纳米TiO₂涂层和各组纳米Ag/TiO₂涂层与基体托槽的结合强度, 以划痕划破涂层时承载砝码的最小荷重(抗划痕值)表示。执行标准: GB/T9279-88, ISO1518-73。实验程序为: 采用金刚石圆锥压头, 锥角120°, 尖端直径0.2 mm, 位移速率4 mm/min, 同步加力速率0-100 N/min, 在逐渐增加载荷下刻划样品涂层表面, 直到涂层开始从基体上剥落, 此时所加的载荷即为临界载荷(Lc)。样品设3个平行试件, 每块试件上制备平行划痕3条, 记录每个临界值, 计算平均值。将临界载荷代入Benjamin-weaver公式:

$$t_{\max} = HV^{1/2} \cdot Lc^{1/2} \cdot (\pi^{1/2} \cdot R)$$

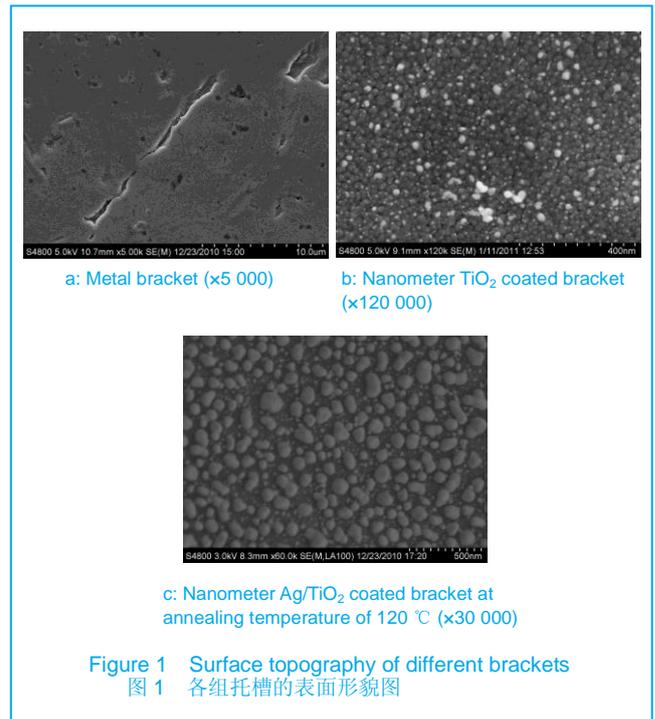
其中, HV为机械压强, R为薄膜层的厚度, 可以求得薄膜层的剪切破坏强度值, 此值即为结合强度的表征值。

主要观察指标: 普通金属托槽、纳米TiO₂涂层托槽和纳米Ag/TiO₂涂层托槽的表面形貌, 粗糙度及力学性能。

统计学分析: 计量资料结果采用 $\bar{x} \pm s$ 表示, 各组托槽表面粗糙度之间比较采用单因素方差分析。应用统计分析软件SPSS 16.0进行统计分析, $P < 0.05$ 为差异有显著性意义。

2 结果

2.1 扫描电镜观察普通金属托槽、纳米TiO₂和纳米Ag/TiO₂涂层托槽表面形貌 图1为金属托槽、纳米TiO₂及Ag/TiO₂涂层托槽表面形貌的扫描电镜图片。



金属托槽表面虽经抛光, 但仍较粗糙, 存在较大的沟壑状和坑状凹陷。纳米TiO₂涂层是由许多球形微小颗粒组成的颗粒膜, 组成薄膜的TiO₂颗粒粒径为10-30 nm。纳米Ag/TiO₂涂层也是由许多球形微小颗粒组成的颗粒膜, 具有严整的组织结构; 组成薄膜的TiO₂颗粒粒径均匀; Ag颗粒均匀分布在薄膜上, 粒径为50-100 nm, 很少出现团聚现象。Ag/TiO₂涂层断面形貌显示, 纳米Ag/TiO₂涂层托槽表面涂层的厚度约为120 nm, 厚度均匀, 表面平整、光滑, 表面光洁度高, 并可见Ag颗粒沉积在涂层上。

2.2 各组样品的X射线光电子能谱分析结果 图2为纳米TiO₂涂层及退火温120 °C组纳米Ag/TiO₂涂层的XPS全谱图, 均以Excel 文档形式输出并构图, 显示两者的主要成分分别为: Ti、O、C和Ag、Ti、O、C。

由于样品在处理过程中可能被空气中的C 1s和Ca 2s污染, 而射线光电子能谱对表面污染非常灵敏, 故对射线光电子能谱图的峰值采用污染C的C 1s谱线校正。图3为Ag/TiO₂涂层的Ag3d X射线光电子能谱图, 显示Ag/TiO₂中的Ag 3d能级分解为2个能级: Ag3d 5/2和Ag3d 3/2, 其中心峰值分别为368.1 eV和374.1 eV; 2者峰值差为6 eV。

2.3 各组样品表面粗糙度测试结果 普通金属托槽、纳米TiO₂涂层托槽和退火温度120, 200, 300 °C下纳米Ag/TiO₂涂层托槽的表面粗糙度Ra值分别为(0.53±0.16), (0.49±0.16), (0.55±0.12), (0.58±0.18), (0.59±0.19) μm 。纳米TiO₂涂层托槽的Ra值较普通金属

托槽略有降低, 而纳米Ag/TiO₂涂层托槽的Ra值较前两者略有增大, 且随着退火温度的升高Ra值也略有增加。采用单因素方差分析对各组托槽表面粗糙度进行比较, 差异无显著性意义($F=0.540, P=0.707$)。说明纳米TiO₂涂层托槽和纳米Ag/TiO₂涂层托槽与普通商业用金属托槽表面粗糙度无明显差异。

2.4 各组样品涂层与基体材料结合强度的测试结果
纳米TiO₂涂层和纳米Ag/TiO₂涂层与基体材料结合强度测试结果见表1。

表 1 纳米 TiO₂ 涂层和纳米 Ag/TiO₂ 涂层与基体材料结合强度的测试结果
Table 1 Combination intensity of nanometer TiO₂ and nanometer Ag/TiO₂ coatings with basis materials

Group	HV (kg/mm ²)	Transition loading (kg)	t _{max} (kg)
TiO ₂	8.57×10 ⁵	36.60	1.18
120 °C Ag/TiO ₂	8.18×10 ⁵	33.90	1.16
200 °C Ag/TiO ₂	7.39×10 ⁵	37.80	1.12
300 °C Ag/TiO ₂	9.08×10 ⁵	39.20	1.26

根据Benjamin- weaver公式: $t_{max} = HV/2 \cdot Lc/1/2 \cdot (\pi/2 \cdot R)$, 取涂层的厚度120 nm, 可以求得结合强度的表征值 t_{max}, 纳米TiO₂涂层与基体的结合强度为 1.18 kg, 退火温度120, 200, 300 °C组纳米Ag/TiO₂涂层的结合强度分别为1.16, 1.12, 1.26 kg。

3 讨论

3.1 纳米涂层的制备方法 涂层技术是采用物理或化学方法在材料表面形成各种不同性质的涂层, 从而改善或提高基体材料表面性能的一项技术。常用的制备方法包括溶胶-凝胶法^[1, 9-10]、液相沉积法^[11]、物理气相沉积法和电化学制备法等^[12-13]。其中溶胶-凝胶法是将金属醇盐或无机盐等前驱物溶于水或有机溶剂中形成均质溶液, 溶质发生水解反应生成纳米级粒子并形成溶胶, 溶胶聚合形成凝胶, 再将凝胶干燥、焙烧去除有机成分, 制备出分子水平乃至纳米亚结构的材料。该方法是目前制备纳米TiO₂粉体、薄膜和涂层的最常用方法, 最有工业前景, 与传统方法相比具有许多独特的优点: 制得的样品纯度、均匀度高; 可达分子或原子尺度; 可望通过掺杂来制备具有多功能的复合光催化剂; 温度较低; 工艺操作较简单; 设备简单; 过程重复性好; 制出的纳米TiO₂薄膜纯度高、均匀性好、薄膜孔径小且分布窄。

本实验采用溶胶-凝胶法在托槽表面成功制备了纳米Ag/TiO₂涂层, 该涂层满足以下要求: 涂层厚度控制在纳米尺度, 对托槽槽沟尺寸几乎无影响; 涂层分布均匀; 表面光滑, 美观性好; 经济; 简单易行。

3.2 纳米Ag/TiO₂涂层的X射线光电子能谱分析 X射线光电子能谱是目前应用相当广泛的一种研究材料表面性状的定量能谱技术, 主要用于固体样品表面的元素组成及化学态的分析。X射线光电子能谱利用波长在X射线范围的高能光子照射被测样品, 测量由此引起的光

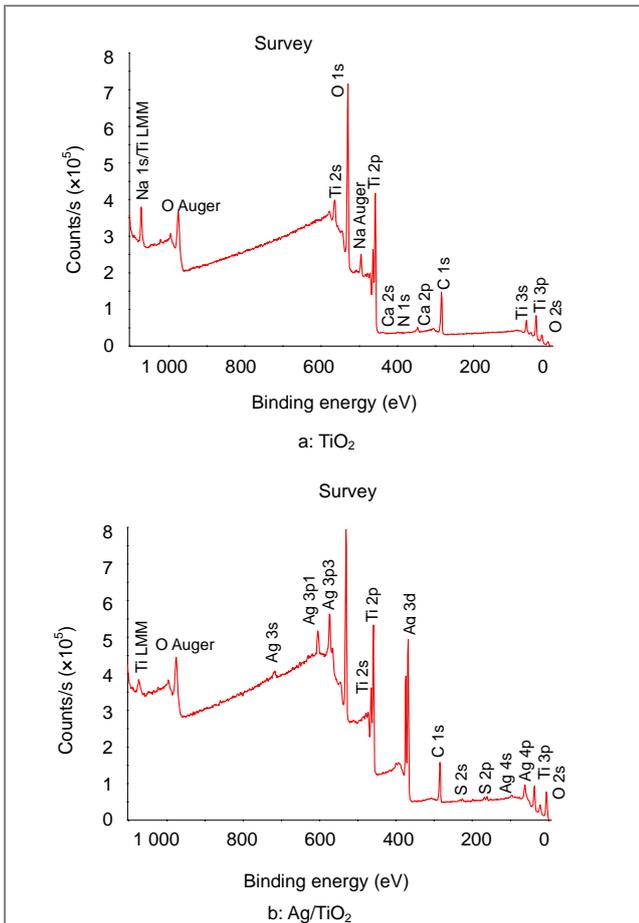


Figure 2 X-ray photoelectron spectra of nanometer TiO₂ and group A Ag/TiO₂ coatings
图2 纳米TiO₂涂层及退火温度120 °C组纳米Ag/TiO₂涂层的X射线光电子能全谱图

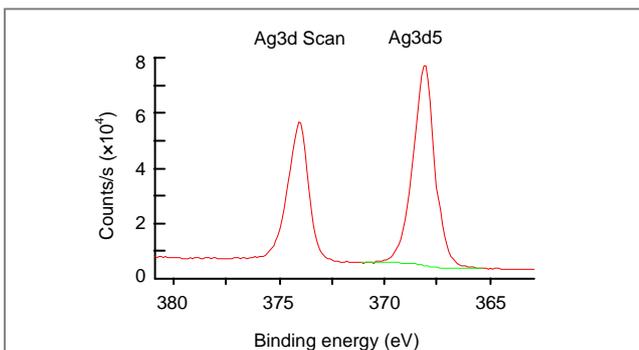


Figure 3 Ag3d X-ray photoelectron spectra of nanometer Ag/TiO₂ coating at annealing temperature of 120 °C
图3 退火温度120 °C组纳米Ag/TiO₂涂层的Ag3d射线光电子能谱图

电子能量分布。在X射线作用下, 样品中的各种轨道电子都有可能原子中被激发成为光电子, 由于各种原子、分子的轨道电子结合能一定, 可测定固体表面的电子结构和表面化学组分。X射线光电子能谱能检测元素周期表中除H和He以外的所有元素, 是一种无损分析, 并具有很高灵敏度^[14]。

Ag/TiO₂涂层的谱图显示Ag/TiO₂中的Ag3d能级分解为2个能级: Ag3d 5/2和Ag3d 3/2, 其中心峰值分别为368.1eV和374.1eV, 与X射线光电子能谱标准谱图中单质Ag结合能的标准值Ag3d 5/2(367.9 eV)和Ag3d 3/2(373.9 eV)接近, 两者的峰值差为6 eV, 也与Ag的标准结合能一致。并未见到Ag₂O(367.6 eV)或AgO(367.4 eV)的谱峰。这一结果证实了本实验制备的Ag/TiO₂涂层中的Ag为金属态的单质Ag, 具有很高的化学稳定性。

3.3 纳米Ag/TiO₂涂层托槽的表面形貌及粗糙度 不同的材料因表面物理特性不同, 细菌滞留能力也不同^[15]。在粗糙的材料表面检出的细菌数量明显高于光滑的材料表面^[16-17], 其原因可能是粗糙表面为细菌定植提供了微小滞留区, 使细菌免受唾液冲洗、咀嚼、吞咽和刷牙等脱位力的影响, 有利于其定植于材料表面; 还使可供细菌黏附的面积相对增大, 增加细菌的黏附能力。

观察材料表面结构的方法主要有显微镜下观察及表面粗糙度测量。表面粗糙度是指材料在制造加工过程中固有的除表面波度、形状误差外的表面不规则化, 为描述表面微观形貌最常用的参数, 是评价材料生物学性能的参考指标, 其中轮廓算术平均偏差Ra是最常用的参数。

本实验在扫描电镜下对纳米Ag/TiO₂涂层托槽的表面形貌进行观察, 发现涂层具有严整的组织结构, 粒子分布均匀, 涂层厚度及颗粒粒径控制在纳米级别。Ra值测试结果显示纳米TiO₂涂层托槽的Ra值较普通金属托槽略有降低, 而纳米Ag/TiO₂涂层托槽的Ra值较前两者略有增大, 且随着退火温度升高、纳米Ag颗粒粒径增大, Ra值增大。其原因可能是普通金属托槽在临床上使用广泛, 做工精细, 表面抛光度好, 但表面仍存在较大的沟壑状和坑状凹陷; 纳米TiO₂涂层托槽涂层表面平整, 厚度均匀, TiO₂颗粒大小一致, 使粗糙度略有下降; 纳米Ag/TiO₂涂层虽颗粒分布均匀, 但Ag颗粒粒径比TiO₂大, 沉积在涂层表面呈凸起状, 对粗糙度造成影响, 且颗粒越大, 粗糙度也随之轻微增大。但各组托槽表面粗糙度之间差异均无显著性意义($P > 0.05$), 说明在纳米尺度上的变化对于粗糙度并无有意的影响, 对于临床使用, 三者表面粗糙度并无明显差异。由此可见, 纳

米Ag/TiO₂涂层托槽具有纳米材料的特性, 且表面光洁度高, 为增强托槽表面菌斑清除率, 预防或减少托槽周围牙釉质龋和牙周炎症的发生奠定了基础。

3.4 纳米Ag/TiO₂涂层的界面结合强度 对涂层材料来说, 其与基体之间的界面结合强度直接影响材料的性能, 良好膜基结合是保证涂层材料满足力学、物理、化学等使用性能的前提条件。因此增强界面结合强度成为众多涂层研究的主要目的^[18-19]。托槽粘接在牙面后, 受到来自食物咀嚼和刷牙的机械摩擦, 涂层能否与托槽基体材料牢固结合对于发挥作用至关重要。对涂层与基体之间界面结合强度的测量有多种办法, 如划痕法、压痕法、剪切法等, 其中划痕法对基底材料的性能、表面状态、涂层性能等具有较高的敏感性, 其测量结果是对涂层界面结合强度的定性描述^[20-21], 故被认为是目前最为成熟的测量涂层与基体界面结合强度的方法。

本实验采用划痕法对纳米TiO₂涂层、纳米Ag/TiO₂涂层与基体材料不锈钢17-4的界面结合强度进行测试, 结果发现纳米TiO₂涂层与基体材料结合强度为1.18 kg, 退火温度120, 200, 300组纳米Ag/TiO₂涂层结合强度分别为1.16, 1.12, 1.26 kg。在正畸临床上一般使用轻力(< 60 g)或中度力(60-350 g), 故本实验制备的纳米Ag/TiO₂涂层与托槽基底具有很强的结合强度, 完全能承受在正畸治疗过程中与正畸弓丝等附件的相互摩擦力量, 有助于涂层在口腔环境内长期保持稳定。

综上所述, 本实验研制的纳米Ag/TiO₂涂层厚度均匀, 表面光洁度高, 具有足够的涂层基体结合强度, 可以满足口腔正畸临床的需要, 其抗菌性能和生物学性能将在后续实验中作进一步研究。

致谢: 感谢中国科学院能源研究所黄春明博士在材料的制备方面给予的帮助。

4 参考文献

- [1] Dersot JM. Plaque control, a key element of successful orthodontics. *Orthod Fr.* 2010;81 (1):33-39.
- [2] Chapman JA, Roberts WE, Eckert GJ, et al. Risk factors for incidence and severity of white spot lesions during treatment with fixed orthodontic appliances. *Am Orthod Dentofac Orthop.* 2010;138(2):188-194.
- [3] Gao XH, Wu J, Yang SH, et al. *Shoudu Yike Daxue Xuebao.* 2002; 23(3):256-257.
高晓辉, 吴晶, 杨圣辉, 等. 不同材质托槽对菌斑附着的实验研究[J]. 首都医科大学学报, 2002, 23(3):256-257.
- [4] Sun L, Li J, Wang CL, et al. Ultrasound aided photochemical synthesis of Ag loaded TiO₂ nanotube arrays to enhance photocatalytic activity. *J Hazardous Mater.* 2009;171 (1-3): 1045-1050.

- [5] Mai LX,Wang DW,Zhang S,et al.Synthesis and bactericidal ability of Ag/TiO₂ composite films deposited on titanium plate.Appl Surf Sci.2010; 257(3): 974-978.
- [6] Mai LX,Huang CM,Wang DW,et al.Effect of C doping on the structural and optical properties of sol-gel TiO₂ thin films. Appl Surf Sci.2009;255:9285- 9289.
- [7] Mai LX,Zhang S,Wang CY,et al.Zhongshan Daxue Xuebao. 2011;50(6):82-87.
麦理想,张晟,王春阳,等.纳米TiO₂:C薄膜涂层的构建及对大肠杆菌的抗菌性能研究[J].中山大学学报:自然科学版,2011,50(6): 82-87.
- [8] Chan SC,Barteau MA.Preparation of highly uniform Ag/TiO₂ and Au/TiO₂ supported nanoparticle catalysts by photodeposition.Langmuir.2005;21(12): 5588-5595.
- [9] Yang LN,Lu Q,Guo W,et al. Zhongguo Zuzhi Gongcheng Yanjiu yu Linchuang Kangfu. 2011;15(12):2445-2448.
杨里娜,吕俏,郭巍,等.几种常用载银抗菌材料改性方式的研究现状[J].中国组织工程研究与临床康复,2011,15(12):2445-2448.
- [10] Zhang S,Liu CY,Liu Y,et al.Room temperature synthesis of nearly monodisperse rutile TiO₂ nanoerystals.Mat Lett.2009;(63):127-129.
- [11] Huang C.J.Room-temperature formation of titanium oxide films by liquid phase deposition.Thin Solid Films.2005;478: 332-337.
- [12] Takeda S,Suzuki S,Odaka H,et al.Photoeatalytic TiO₂ thin films deposited onto glass by DC magnetron sputtering.Thin Solid Films.2001;392(2):338.
- [13] Ampelli C,Passalacqua R,Perathoner S,et al.Synthesis of TiO₂ thin films: relationship between preparation conditions and nanostructure.Top Catal.2008;(50):133-144.
- [14] Xin B,Jing L,Ren Z,et al . Effects of Simultaneously Doped and Deposited Ag on the Photocatalytic Activity and Surface States of TiO₂. Phys Chem B. 2005;109(7):2805-2809.
- [15] Keiji K,Masaaki U,Shigeyuki E.Effect of surface roughness of porcelain on adhesion of bacteria and their synthesizing glucan. Prosthet Dent.2009;83(6): 664-667.
- [16] Bulad K,Taylor RL,Verran J,et al.Colonization and penetration of denture soft lining materials by Candida albicans.Dent Mater. 2004;20(2):167-175.
- [17] Jha VK,Hayashi S.Modification on natural clinoptilolite zeolite for its NH₄⁺ retention capacity.J Hazad Mater.2009;169(1-3): 29-35.
- [18] Buser D,Nydegger T,Oxland T,et al.Interface shear strength of titanium implants with a sandblasted and acid -etched surface:a biomechanical study in the maxilla of miniature pigs.Biomed Mater Res.1999;45:75-83.
- [19] Yu FB,Chen Y.Jueyuan Cailiao. 2008;41(6):41-44.
余凤斌,陈莹.磁控溅射对薄膜附着力的影响[J].绝缘材料,2008, 41(6):41-44.
- [20] Tang WZ.Beijing:Yejin Gongye Chubanshe.2003.
唐伟忠.薄膜材料制备原理、技术及应用[M].北京:冶金工业出版社,2003.
- [21] Shu L,Ding Y,Cao M,et al.Shiyong Kouqiang Yixue Zazhi. 2005; 21(2):252-255.
束嫫,丁寅,曹猛,等. 纳米陶瓷涂层托槽的表征及力学性能研究 [J].实用口腔医学杂志,2005,21(2):252-255.

来自本文课题的更多信息--

基金声明: 广东省医学科学技术研究基金项目 (B2011040)。

作者贡献: 章锦才教授进行实验设计, 实验实施为张晟, 实验评估为麦理想, 资料收集为麦理想, 张晟成文, 柳大烈教授、章锦才教授审校, 张晟对文章负责。

利益冲突: 课题未涉及任何厂家及相关雇主或其他经济组织直接或间接的经济或利益的赞助。

文章概要:

文章要点: 拟在普通金属托槽表面制备纳米 Ag/TiO₂ 涂层, 尝试开发研制具有美观、高强、耐磨及可见光催化甚至在黑暗环境中仍具有抑菌性能的纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽。

关键信息: 证实纳米 Ag/TiO₂ 涂层托槽具有纳米材料独特的力学及生物学性能。

研究的创新之处与不足: 从生物学角度解决问题, 拟应用纳米 Ag/TiO₂ 于口腔正畸托槽为解决托槽周边牙釉质龋和牙周损伤等正畸临床常见棘手问题提供有效途径, 建立正畸患者口腔卫生防治的新模式。

作者声明: 文章为原创作品, 数据准确, 内容不涉及泄密, 无一稿两投, 无抄袭, 无内容剽窃, 无作者署名争议, 无与他人课题以及专利技术的争执, 内容真实, 文责自负。