

[DOI]10.12016/j.issn.2096-1456.2019.03.003

· 基础研究 ·

# 3Y-TZP陶瓷表面镧掺杂TiO<sub>2</sub>薄膜的制备和抗菌性能研究

曾永发, 付玉林, 戴群, 石连水

南昌大学附属口腔医院, 江西省口腔生物医学重点实验室, 江西 南昌(330006)

**【摘要】** 目的 制备3Y-TZP陶瓷表面镧(La)掺杂TiO<sub>2</sub>抗菌薄膜观察其抗菌性,为临床抗菌氧化锆陶瓷的应用提供实验基础。方法 制备直径20 mm、高3 mm圆柱形3Y-TZP试件,采用溶胶凝胶法制备质量分数1.0%镧(La)掺杂的TiO<sub>2</sub>溶胶,并通过浸渍提拉法涂覆于3Y-TZP表面制成La-TiO<sub>2</sub>薄膜-3Y-TZP陶瓷,依同法,不添加硝酸镧溶液制得TiO<sub>2</sub>薄膜-3Y-TZP陶瓷。扫描电镜对3Y-TZP陶瓷试件(3Y-TZP组)、TiO<sub>2</sub>薄膜-3Y-TZP陶瓷试件(TiO<sub>2</sub>薄膜组)、La-TiO<sub>2</sub>薄膜-3Y-TZP陶瓷试件(La-TiO<sub>2</sub>薄膜组)进行表面形貌观察,并进行光催化实验、抗菌实验和细胞毒性实验。①光催化实验,La-TiO<sub>2</sub>薄膜组和TiO<sub>2</sub>薄膜组,各随机取4个试件,观察各组试件日光下不同时间点对亚甲基蓝的降解率;②抗菌实验,La-TiO<sub>2</sub>薄膜组、TiO<sub>2</sub>薄膜组和3Y-TZP组,每组随机取5个试件,通过抑菌圈法检测其抗菌性,比较各组抑菌距离;③细胞毒性实验,La-TiO<sub>2</sub>薄膜组、TiO<sub>2</sub>薄膜组、3Y-TZP组(为阴性对照组)每组随机取3个试件,制得浸提液,以0.064%苯酚溶液为阳性对照组。4组培养L-929细胞3 d后进行形态学观察,采用MTT法测试各组细胞活力、细胞相对增殖率。**结果** 采用浸渍提拉法可在3Y-TZP表面制备均匀分布的La-TiO<sub>2</sub>薄膜。光催化实验显示La-TiO<sub>2</sub>薄膜组在日光下2 h亚甲基蓝降解率达到(41.2 ± 1.5)%,高于TiO<sub>2</sub>薄膜组(36.5 ± 2.4)%,两组差异具有统计学意义( $t = 3.321, P = 0.016$ )。抗菌实验显示,La-TiO<sub>2</sub>薄膜组抑菌距离为(0.34 ± 0.08)mm,大于TiO<sub>2</sub>薄膜组的(0.12 ± 0.02)mm,2组差异没有统计学意义( $F = 63.798, P < 0.001$ ),3Y-TZP组无明显抑菌圈。细胞毒性实验显示La-TiO<sub>2</sub>薄膜组细胞相对增殖率为(89.5 ± 1.3)%,细胞毒性评级为1级;4组间差异具有统计学意义( $F = 68.250, P < 0.001$ )。**结论** 镧掺杂TiO<sub>2</sub>能改善其光催化活性,增强3Y-TZP陶瓷的抗菌性,且无明显细胞毒性。

**【关键词】** 3Y-TZP陶瓷; 氧化锆陶瓷; 二氧化钛; 镧; 光催化活性; 抗菌性; 细胞毒性

**【中图分类号】** R783.1 **【文献标志码】** A **【文章编号】** 2096-1456(2019)03-0153-06

**【引用著录格式】** 曾永发,付玉林,戴群,等. 3Y-TZP陶瓷表面镧掺杂TiO<sub>2</sub>薄膜的制备和抗菌性能研究[J]. 口腔疾病防治, 2019, 27(3): 153-158.

**Preparation and antibacterial properties of La-doped TiO<sub>2</sub> films on 3Y-TZP ceramic surface** ZENG Yongfa, FU Yulin, DAI Qun, SHI Lianshui. The Affiliated Stomatology Hospital of Nanchang University, The Key Laboratory of Oral Biomedicine, Nanchang 330006, China

Corresponding author: FU Yulin, Email: 13077963396@163.com, Tel: 0086-13077963396

**【Abstract】 Objective** To prepare the La-doped TiO<sub>2</sub> film on the surface of 3Y-TZP ceramics in order to observe its antibacterial properties, providing an experimental basis for the application of antibacterial zirconia ceramics in the clinic. **Method** A cylindrical 3Y-TZP specimen with a diameter of 20 mm and a height of 3 mm was prepared. The sol-gel method was used to prepare 1% lanthanum (La)-doped TiO<sub>2</sub> sol, and the La-TiO<sub>2</sub> film-3Y-TZP ceramic was prepared by dip coating on the surface of 3Y-TZP. The TiO<sub>2</sub> thin film-3Y-TZP ceramic was prepared by adding no lanthanum nitrate solution in the same way. The surface morphology of 3Y-TZP ceramic specimens (3Y-TZP group), TiO<sub>2</sub> thin film-3Y-TZP ceramic specimens (TiO<sub>2</sub> film group), and La-TiO<sub>2</sub> thin film-3Y-TZP ceramic specimens (La-TiO<sub>2</sub> film group) was

**【收稿日期】** 2018-04-26; **【修回日期】** 2018-06-06

**【基金项目】** 江西省科技计划项目(20151BBG70238)

**【作者简介】** 曾永发,主治医师,硕士,Email: zengyongfa2008@qq.com

**【通信作者】** 付玉林,副主任医师,硕士,Email: 13077963396@163.com, Tel: 0086-13077963396

observed by scanning electron microscopy, and photocatalysis, antibacterial and cytotoxicity experiments were carried out. For the photocatalytic experiment, four specimens were randomly selected from the La-TiO<sub>2</sub> film group and TiO<sub>2</sub> film group to observe the degradation rate of methylene blue at different time points under sunlight. In the antimicrobial experiment, five specimens were randomly selected from the La-TiO<sub>2</sub> film group, TiO<sub>2</sub> film group and 3Y-TZP group. The antimicrobial activity of each group was tested using the bacteriostatic circle method, and the bacteriostatic distance of each group was compared. In the cytotoxicity experiment, three samples were randomly selected from the La-TiO<sub>2</sub> film group, TiO<sub>2</sub> film group and 3Y-TZP group (negative control group), and the extracts were prepared. Here, 0.064% phenol solution were served as the positive control group. Morphological observation of L-929 cells in four groups was performed after 3 d of culture. Cell viability and relative cell proliferation were measured by MTT assay. **Results** La-TiO<sub>2</sub> films with uniform distribution can be prepared on a 3Y-TZP surface by the dipping-drawing method. Photocatalytic experiments showed that the degradation rate of methylene blue in the La-TiO<sub>2</sub> film group was (41.2 ± 1.5)% in daylight for 2 hours, which was higher than that in TiO<sub>2</sub> film group (36.5 ± 2.4)%. A significant difference was noted between the two groups ( $t = 3.321, P = 0.016$ ). The antimicrobial experiment showed that the antimicrobial distance of La-TiO<sub>2</sub> group was (0.34 ± 0.08) mm, which was larger than that of TiO<sub>2</sub> group (0.12 ± 0.02) mm. No obvious antimicrobial circle was noted in 3Y-TZP group, and the antimicrobial distance of the La-TiO<sub>2</sub> film group was larger than that of TiO<sub>2</sub> film group ( $F = 63.798, P < 0.001$ ). Cytotoxicity test showed that the relative proliferation rate of cells in La-TiO<sub>2</sub> film group was (89.5 ± 1.3)%, and the cytotoxicity rating was grade 1. Significant differences were noted among the four groups ( $F = 68.250, P < 0.001$ ). **Conclusion** The La-doped TiO<sub>2</sub> film can improve its photocatalytic activity and enhance the antibacterial activity of 3Y-TZP without obvious cytotoxicity.

**【Key words】** 3Y-TZP ceramic; Zirconia ceramics; TiO<sub>2</sub>; La; Photocatalytic activity; Antibacterial; Cytotoxicity

目前,3Y-TZP陶瓷(摩尔分数3%氧化钇稳定四方多晶氧化锆陶瓷)因其优良的性能,在口腔医学领域得到了广泛应用,已经成为固定修复的主流材料。与此同时,口腔环境复杂,修复体周围微生态环境的改变容易导致细菌聚集,进而引发或加重牙周病或继发龋,导致修复体的失败<sup>[1-2]</sup>。针对这种状况,目前常用的方法一般是通过对口腔生物材料进行改性处理,促使其产生一定的抗菌或抑菌性,以更好适应口腔环境,常见的口腔材料改性如抗菌软衬、基托、托槽等研究应用<sup>[3-4]</sup>。在材料表面涂覆TiO<sub>2</sub>基抗菌薄膜也是常用的表面抗菌改性方法之一。本研究采用溶胶凝胶法(Sol-Gel)法制备质量分数1.0%稀土元素镧(La)掺杂的TiO<sub>2</sub>溶胶(以下简称La-TiO<sub>2</sub>),通过浸渍提拉法涂覆于3Y-TZP陶瓷表面制成抗菌薄膜;同时,采用亚甲基蓝降解法测试其催化性能、抑菌圈法测试抗菌性以及MTT法(四氮唑盐比色法)评价细胞毒性。

## 1 材料和方法

### 1.1 主要材料、试剂和仪器

大肠杆菌(南昌大学药理实验室提供);L-929细胞(小鼠肺成纤维细胞,中国科学院细胞库);3Y-TZP造粒粉(东方锆业,中国);亚甲基蓝(天津致

远化学试剂厂);固体LB培养基;MTT(Sigma,美国);DMSO(二甲基亚砷,Sigma);胎牛血清(Gibco,美国);细胞培养板(Corning,美国);DMEM培养基(Gibco,美国);扫描电镜(SEM,Quanta 200F,荷兰FEI公司)。

### 1.2 试件制备

通过模具将3Y-TZP造粒粉压缩成直径20 mm和高3 mm圆柱形粗胚,冷等静压机200 MPa下冷等静压,后放于管式炉内1 450 °C常压烧结,保温2 h,随炉冷却,最后使用去离子水和无水乙醇分别超声清洗15 min后,烘干,制得3Y-TZP陶瓷试件(3Y-TZP组)。按比例: $V_{\text{钛酸四丁酯}}:V_{\text{冰乙酸}}:V_{\text{无水乙醇}}:V_{\text{去离子水}} = 1:0.66:6:0.94$ ,取2/3无水乙醇、冰乙酸混合后缓慢加入钛酸四丁酯,磁力搅拌30 min,形成A液。将1%掺杂量硝酸镧溶于水后加入余下1/3无水乙醇,连续搅拌加入10%硝酸调节pH = 3,得到B液。最后,将B液缓慢滴加进A液中后持续搅拌2 h得浓度为1.0%的La-TiO<sub>2</sub>溶胶。3Y-TZP试件垂直浸没于溶胶中1 min后,浸渍提拉速度为2 mm/s,在室温下自然晾干;后放于管式炉中,以2 °C/min升温到500 °C,保温2 h,制得La-TiO<sub>2</sub>薄膜-3Y-TZP陶瓷试件(La-TiO<sub>2</sub>薄膜组)。依同法,不添加硝酸镧溶液制得TiO<sub>2</sub>薄膜-3Y-TZP陶瓷试

件(TiO<sub>2</sub>薄膜组)。

### 1.3 试件表面形貌观察

采用扫描电镜对3Y-TZP陶瓷试件(3Y-TZP组)、TiO<sub>2</sub>薄膜-3Y-TZP陶瓷试件(TiO<sub>2</sub>薄膜组)、La-TiO<sub>2</sub>薄膜-3Y-TZP陶瓷试件(La-TiO<sub>2</sub>薄膜组)观察表面形貌。

### 1.4 光催化实验

TiO<sub>2</sub>薄膜组和La-TiO<sub>2</sub>薄膜组,随机各选取4个试件分别浸没于50 mL的亚甲基蓝水溶液中(质量浓度为5 mg/L),置于日光下2 h,分别于0.5、1.0、1.5、2.0 h时间节点取同等亚甲基蓝溶液,用分光光度计测定吸光度值(检测波长 $\lambda = 668$  nm)。材料的光催化降解率通过以下公式来计算: $\eta = (D_0 - D) / D_0$ (D<sub>0</sub>为试件的初始吸光峰值,D为降解后吸光峰值)。

### 1.5 抗菌实验

La-TiO<sub>2</sub>薄膜组、TiO<sub>2</sub>薄膜组和3Y-TZP组,每组随机选取5个试件,通过抑菌圈法检测各组的抗菌性。在固体LB培养基平板上接种一定浓度大肠杆菌,将不同组试件贴附同一个固体培养基表面,然后放置于37 ℃孵箱内培养24 h,通过测量试件周围的抑菌圈的距离来(从试件边缘开始测量)评价抗菌能力的大小。

### 1.6 细胞毒性试验

La-TiO<sub>2</sub>薄膜组、TiO<sub>2</sub>薄膜组、3Y-TZP组(为阴性对照组),每组随机选取3个试件,试件超声荡洗后,常规消毒,按试件比表面积1 mL/cm<sup>3</sup>比例加入DMEM,于37 ℃培养箱中浸泡72 h后制得实验浸提液;以0.064%苯酚溶液为阳性对照组。取对数生长期的L-929细胞置于96孔板24 h贴壁生长后,用4组浸提液更换原培养液,接着培养3 d,浸提液24 h更换1次。3 d后通过倒置显微镜观察细胞生长形态,然后每孔加入(5 mg/mL)新鲜配制的MTT

溶液20  $\mu$ L,置于培养箱中继续培养4 h。然后吸出上清液,PBS清洗2次,最后添加DMSO 150  $\mu$ L/孔,放于摇床上低速振荡10 min,充分溶解紫色结晶物。采用酶联免疫检测仪测量波长为490 nm时各孔光密度值。各组均设6个平行复孔,实验重复3次,结果取平均值。细胞相对增殖率(relative growth rate, RGR)计算公式如下:RGR(%) = (实验组平均光密度值/阴性对照组平均光密度值) × 100%。细胞毒性评级标准如表1所示。

表1 细胞毒性的评级标准<sup>[5]</sup>

Table 1 Criteria for evaluating cytotoxicity<sup>[5]</sup>

细胞相对增殖率	细胞毒性分级	材料的生物安全性评价
≥100%	0	合格
80% ~ 99%	1	合格
50% ~ 79%	2	综合细胞形态分析
30% ~ 49%	3	不合格
0 ~ 29%	4	不合格

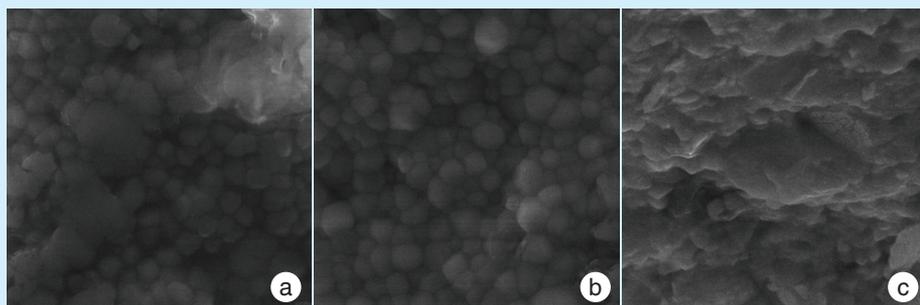
### 1.7 统计学分析

实验数据使用SPSS17.0软件进行数据分析,各个时间点La-TiO<sub>2</sub>薄膜组和TiO<sub>2</sub>薄膜组降解率的比较采用*t*检验,抑菌距离、光密度值、相对增殖率的组间比较采用单因素方差分析,检验水准 $\alpha = 0.05$ 。

## 2 结果

### 2.1 试件制备及表面形貌观察

结果显示采用浸渍提拉法可在3Y-TZP表面制备均匀分布的TiO<sub>2</sub>和La-TiO<sub>2</sub>薄膜。图1为3Y-TZP组(图1a)、TiO<sub>2</sub>薄膜组和La-TiO<sub>2</sub>薄膜组试件表面的扫描电镜图片。图1b、图1c显示涂覆TiO<sub>2</sub>和La-TiO<sub>2</sub>的3Y-TZP陶瓷表面薄膜分布均匀。La-TiO<sub>2</sub>薄膜表面可见斑点状的白色颗粒散在分布,可能是嵌在TiO<sub>2</sub>膜里的La颗粒。



a: 3Y-TZP组; b: TiO<sub>2</sub>薄膜组; c: La-TiO<sub>2</sub>薄膜组

图1 3组试件表面形貌扫描电镜观察图片 × 50 000

Figure 1 SEM images of the surface of specimens in 3 groups × 50 000

## 2.2 光催化实验结果

随着光照时间的增加,2组的亚甲基蓝降解率也逐步增加。La-TiO<sub>2</sub>薄膜组比TiO<sub>2</sub>薄膜组表现出更强的亚甲基蓝降解能力,光照2 h后降解率升至(41.2 ± 1.5)%,后者为(36.5 ± 2.4)%,2组差异具有统计学意义( $t = 3.321, P = 0.016$ )(表2)。

表2 日光下TiO<sub>2</sub>组和La-TiO<sub>2</sub>薄膜组对亚甲基蓝的降解率  
Table 2 Methylene blue degradation rate of TiO<sub>2</sub> and La-TiO<sub>2</sub> films under the sun

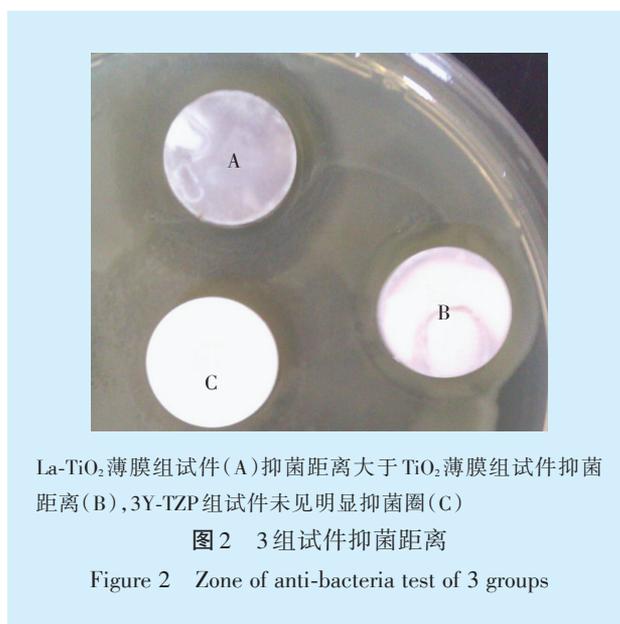
组别	films under the sun			$\bar{x} \pm s$
	0.5 h	1.0 h	1.5 h	2.0 h
TiO <sub>2</sub> 组	12.2 ± 1.6	21.7 ± 2.1	29.3 ± 1.8	36.5 ± 2.4
La-TiO <sub>2</sub> 薄膜	15.7 ± 1.5	25.8 ± 1.3	35.4 ± 1.7	41.2 ± 1.5
<i>t</i> 值	3.568	3.712	5.509	3.871
<i>P</i> 值	0.007	0.006	< 0.001	0.005

## 2.3 抗菌实验结果

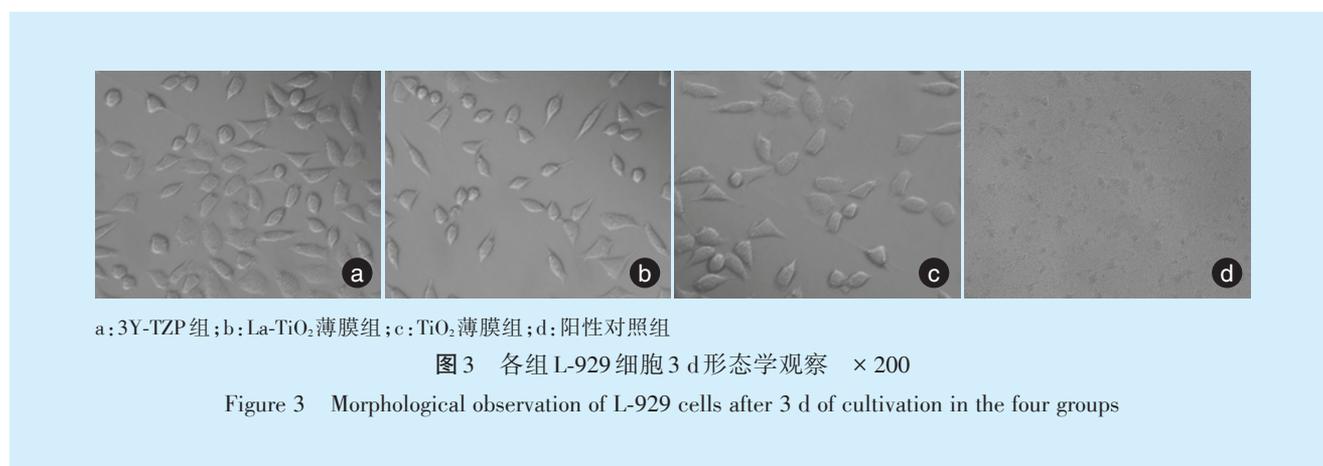
如图2所示,TiO<sub>2</sub>薄膜组试件抑菌圈较小,距离为(0.12 ± 0.02)mm,最大抑菌距离为1.5 mm;La-TiO<sub>2</sub>薄膜组试件周围可见圆形抑菌圈,抑菌距离为(0.34 ± 0.08)mm,测得最大抑菌距离约4.1 mm,抑菌距离明显大于TiO<sub>2</sub>薄膜组( $F = 63.798, P < 0.01$ );3Y-TZP组无明显的抑菌性。

## 2.4 细胞毒性分析

如图3所示,La-TiO<sub>2</sub>薄膜组和TiO<sub>2</sub>薄膜组细胞无明显异常,可见少量的细胞碎片和胞体圆缩,呈梭形或不规则多角形。3Y-TZP组细胞形态



无明显异常,呈多角或状梭形,生长旺盛。阳性对照组大量坏死、崩解,细胞体圆缩。4组光密度值差异有统计学意义( $F = 23.582, P < 0.001$ );4组相对增殖率差异有统计学意义( $F = 68.250, P < 0.001$ )。TiO<sub>2</sub>薄膜组、La-TiO<sub>2</sub>薄膜组、3Y-TZP组高于阳性对照组,差异有统计学意义( $P < 0.05$ ),3Y-TZP组高于TiO<sub>2</sub>薄膜组、La-TiO<sub>2</sub>薄膜组,差异有统计学意义( $P < 0.05$ ),TiO<sub>2</sub>薄膜组、La-TiO<sub>2</sub>薄膜组之间差异无统计学意义( $P > 0.05$ ),La-TiO<sub>2</sub>薄膜组相对增殖率为(89.5 ± 1.3)%,细胞毒性评级为1级(表3)。



## 3 讨论

### 3.1 3Y-TZP抗菌性能的改进

口内修复体容易受口腔内致病菌的影响,研究认为减少修复体表面生物膜的形成有助于减少

基牙继发龋,从而提高修复体寿命<sup>[3]</sup>。修复体的表面改性处理是常用的方法之一。由于3Y-TZP的烧结温度达到1 450 ℃,一般的抗菌剂会挥发损失或发生相变,影响其抗菌性能,目前尚未发现赋予其

表3 各组培养3 d的光密度值、细胞相对增殖率及细胞毒性分级

组别	光密度值	相对增殖率(%)	毒性分级
3Y-TZP组	0.906 ± 0.214	100.0 ± 3.81	0
TiO <sub>2</sub> 薄膜组	0.830 ± 0.128	91.6 ± 4.69	1
La-TiO <sub>2</sub> 薄膜组	0.811 ± 0.196	89.5 ± 5.81	1
阳性对照组	0.170 ± 0.182	18.8 ± 2.73	4
F值	23.582	68.250	
P值	< 0.001	< 0.001	

抗菌性的较好的解决办法。Ou等<sup>[6]</sup>将质量分数5%纳米银粉掺杂3Y-TZP混合烧结以测试其抗菌性,但该方法只能使材料表面的Ag<sup>+</sup>释放出来,抑菌能力有限,且银的掺杂对材料的机械性可能有一定的影响。因此较理想的抗菌剂是在不破坏3Y-TZP理化性能的前提下,还能在其表面涂覆能牢固结合。

TiO<sub>2</sub>具有广谱杀菌效能,自然光照射下可杀灭革兰氏阳性菌及革兰氏阴性菌等近百种细菌,抑制真菌,对口腔致龋菌也有抑制作用;但由于单一TiO<sub>2</sub>对光的吸收范围窄,且光生电子和空穴容易复合,量子产率较低,使得其光催化效果并不理想<sup>[7-8]</sup>。学者对于如何提高TiO<sub>2</sub>光催化性能作了大量研究,其中稀土离子掺杂是一种被认为能有效提高TiO<sub>2</sub>光催化性能的方法之一<sup>[9-12]</sup>。Zhang等<sup>[11]</sup>研究认为稀土离子镧掺杂TiO<sub>2</sub>能有效提高TiO<sub>2</sub>的光催化效率。薛寒松等<sup>[13]</sup>研究了镧掺杂纳米管对甲基橙的光催化性,最适掺杂量为1%,在紫外光下照射150 min后,降解率达到90%左右。当掺杂量过低时,不能有效地抑制光生电子-空穴对复合,紫外光吸收率较低;反之,掺杂物质容易覆盖在TiO<sub>2</sub>表面,降低光催化率。目前常用的TiO<sub>2</sub>薄膜制备工艺有溶胶凝胶法、化学气相沉积法和溅射法等,其中溶胶凝胶法较为常用<sup>[14]</sup>。通过该法制得的粉体均匀,分散性好,纯度高,可低温煅烧,反应容易控制,副反应更少,操作工艺更简单。本实验中采用溶胶凝胶法制备La-TiO<sub>2</sub>溶胶,可在3Y-TZP表面浸渍提拉法制备均匀涂覆的La-TiO<sub>2</sub>薄膜,SEM下可见La颗粒散在分布在薄膜表面。

日光中的紫外光可以激发TiO<sub>2</sub>晶粒,生成电子-空穴对,发生氧化还原反应,生成具有氧化作用的活性物质从而分解亚甲基蓝溶液,生成CO<sub>2</sub>及H<sub>2</sub>O。实验结果显示La-TiO<sub>2</sub>薄膜日光下照射2 h后

亚甲基蓝降解率达到(41.2 ± 1.5)%,光催化性能较TiO<sub>2</sub>薄膜有明显提高。La<sup>+</sup>的掺入一方面可能有助于形成中间能级,有利于低能量跃迁电子对长波长光线的利用;另一方面,La<sup>+</sup>以单质形式形成肖特基结负载在TiO<sub>2</sub>表面,从而提高TiO<sub>2</sub>在日光下的光催化性<sup>[10-11]</sup>。

### 3.2 抗菌性能测试

贴膜法是一种常用于检测陶瓷类材料抗菌性的方法,但该方法需单独测试每个试件,实验结果易受外界因素影响。而本实验采用的抑菌圈法是将不同的试件在相同条件下进行检测,实验结果可以直观地加以比较<sup>[15]</sup>。由于口腔环境一般情况下是闭口状态,光线少,所以本实验选择在黑暗环境下测试材料抗菌性,这也降低了TiO<sub>2</sub>的光催化性。在本研究中,TiO<sub>2</sub>薄膜组试件抑菌圈较小,La-TiO<sub>2</sub>薄膜组试件周围可见圆形抑菌圈,抑菌距离为(0.34 ± 0.08)mm,测得最大抑菌距离约4.1 mm,抑菌距离明显大于TiO<sub>2</sub>薄膜组。虽然在无光条件下La-TiO<sub>2</sub>薄膜的光催化性能有所减弱,但最大抑菌距离仍达到4.1 mm,显示具有良好的抗菌性。

### 3.3 细胞毒性检测

MTT比色法是一种快速检测细胞增殖和细胞毒性的方法,通常应用于材料的生物相容性评价<sup>[16]</sup>。原理是外源性MTT被活细胞线粒体中的琥珀酸脱氢酶还原成不溶于水的蓝紫色结晶物-甲瓩并沉积于细胞中,凋亡细胞则相反。细胞中的甲瓩被二甲基亚砜(DMSO)溶解后,采用酶联免疫检测仪检测490 nm处细胞的吸光度,可以间接地反映出活细胞数量。MTT结晶形成量在一定范围内与活细胞数成正比例关系,据此可评估活细胞的数量。MTT结果显示La-TiO<sub>2</sub>薄膜组细胞相对增殖率为(89.5 ± 1.3)%,材料细胞毒性评级为1级,符合口腔生物材料的应用标准<sup>[17]</sup>。

在本实验结果范围内,镧掺杂TiO<sub>2</sub>能改善TiO<sub>2</sub>光催化活性,增强3Y-TZP陶瓷的抗菌性,且无明显细胞毒性。但由于口腔环境的复杂性,修复体在患者的口腔中使用需要考虑更多的因素,如La-TiO<sub>2</sub>薄膜与氧化锆陶瓷表层的粘结强度、薄膜的耐磨性、时效性以及薄膜对口腔微生物环境的影响等,这些都待于进一步的实验研究。

### 参考文献

- [1] Ristic M, Svabic MV, Sasic M, et al. Clinical and microbiological effects of fixed orthodontic appliances on periodontal tissues in ad-

- olescents[J]. *Orthod Craniofac Res*, 2007, 10(4): 187-195.
- [2] 霍媛媛, 韩轩, 李雨庆, 等. 龋病相关微生物群落结构与功能的多组学研究进展[J]. *口腔疾病防治*, 2018, 26(3): 195-199.
- [3] Desrousseaux C, Sautou V, Descamps S, et al. Modification of the surface of medical devices to prevent microbial adhesion and biofilm formation[J]. *J Hosp Infect*, 2013, 85(2): 87-93.
- [4] Krishnan S. Biofilm formation on medical devices and infection: preventive approaches//*Biofilm and materials science*[M]. Springer International Publishing, 2015: 93-108.
- [5] 国家技术监督局. GB/T 14233.2-2005. 第二部分: 生物学实验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [6] Ou SF, Huang MS, Chiou SY, et al. Research of antibacterial activity on silver containing yttria-stabilized-zirconia bioceramic[J]. *Ceramics Int*, 2013, 39(4): 3591-3596.
- [7] Reddy KR, Karthik KV, Prasad S, et al. Enhanced photocatalytic activity of nanostructured titanium dioxide/polyaniline hybrid photocatalysts[J]. *Polyhedron*, 2016, 120(14): 169-174.
- [8] Tsuang YH, Sun JS, Yc H, et al. Studies of photo killing of bacteria using titanium dioxide nanoparticles[J]. *Artif Organs*, 2008, 32: 167-174.
- [9] Mandari KK, Police AKR, Jy D, et al. Rare earth metal Gd influenced defect sites in N doped TiO<sub>2</sub>: defect mediated improved charge transfer for enhanced photocatalytic hydrogen production [J]. *Int J Hydrogen Energy*, 2018, 43(4): 2073-2082.
- [10] Reszczyńska J, Grzyb T, Sobczaketa J. Lanthanide co-doped TiO<sub>2</sub>: the effect of metal type and amount on surface properties and photocatalytic activity[J]. *Appl Surf Sci*, 2014, 307: 333-345.
- [11] Zhang ZG, Li GX, Cui ZJ, et al. Influence of difference quantity La-doped TiO<sub>2</sub> photoanodes on the performance of dye-sensitized solar cells: a strategy for choosing an appropriate doping quantity[J]. *J Solid State Chem*, 2016, 237: 242-247.
- [12] Mulwa W, Ouma CNM, Onani MO, et al. Energetic, electronic and optical properties of lanthanide doped TiO<sub>2</sub>: an ab initio LDA+U study[J]. *J Solid State Chem*, 2016, 237: 129-137.
- [13] 薛寒松, 李华基, 胡慧芳, 等. 镧掺杂二氧化钛纳米管光催化性能[J]. *中国稀土学报*, 2008, 26(1): 18-23.
- [14] 吴亚惠, 龙明策, 蔡伟民. TiO<sub>2</sub>纳米薄膜光催化剂制备技术的新进展[J]. *材料导报*, 2010, 24(9): 45-49.
- [15] 谭才邓, 朱美娟, 杜淑霞, 等. 抑菌试验中抑菌圈法的比较研究[J]. *食品工业*, 2016, 37(11): 122-125.
- [16] Ong THD, Yu N, Meenashisundaram GK, et al. Insight into cytotoxicity of Mg nanocomposites using MTT assay technique[J]. *Mater Sci Eng C*, 2017, 78: 647-652.
- [17] Uo M, Sjoren G, Sundh A, et al. Cytotoxicity and bonding property of dental ceramics[J]. *Dent Mater*, 2003, 19(6): 487-492.

(编辑 张琳, 曾曙光)

· 短讯 ·

## 《口腔疾病防治》杂志征稿及征订启事

《口腔疾病防治》是国内外公开发行的口腔医学学术类期刊,月刊,CN 44-1724/R,ISSN 2096-1456,CODEN KJFOA4,为中国科技核心期刊,被国内外多家重要数据库收录,由南方医科大学口腔医院(广东省口腔医院)、广东省牙病防治指导中心主办,中南大学、郑州大学、南昌大学、重庆医科大学、福建医科大学等五所大学口腔医学院协办;主要报道国内外口腔医学研究新进展和口腔疾病防治新成果、新技术、新经验,服务口腔疾病预防治疗领域学术交流和口腔疾病防控工作。

本刊图随文走、全铜版纸彩色印刷,设有专家论坛、专家述评、专栏论著、基础研究、临床研究、防治实践、综述等栏目。本刊对录用论文实行免费快速发表,不收取作者任何费用并支付稿酬。

本刊官网及投稿网址为 <http://www.kqjbfz.com>,本刊官网文献实行开放获取(Open Access, OA),免费为读者提供全文服务。《口腔疾病防治》已开设微信公众号,每月推出专家论坛文章及当期全文,读者可通过扫描杂志封面的二维码或者搜索微信公众号账号“口腔疾病防治杂志”、微信号“kqjbfz”关注本刊。

本刊没有授权或委托任何其他网站受理作者投稿,谨防诈骗。欢迎广大读者订阅。全国各地邮局均可订阅,邮发代号 46-225。每月 20 日出版,定价为每册 5.00 元,全年 60 元。如错过邮局订阅时间,可直接向编辑部订购。请将款项汇入开户银行:广州市建行昌岗路支行,账号:44001430402050202779,户名:南方医科大学口腔医院,并且将订阅者的邮政编码、详细地址、姓名、联系电话、订阅年度、份数及汇款回执扫描件发送至本刊邮箱(kqjbfz@vip.126.com)。编辑部电话:020-84403311, Email:kqjbfz@vip.126.com。

《口腔疾病防治》编辑部