

细胞系,在该细胞系中小鼠 Retn 基因的表达是正常的 3T3-L1 细胞的 3 倍,它的建立不仅为 Retn 基因的功能研究提供了一个细胞模型,而且为 Resistin 蛋白的获得奠定了基础。Resistin 蛋白的分离提纯及其生物学特性的研究,以及 Retn 基因的高表达对胰岛素抗性的研究,我们将另文发表。

[参考文献]

[1] Lazer MA, Steppan CM, Bailey ST, et al. The hormone resistance links obesity to diabetes[J]. *Nature*, 2001, 409(18):307-312.
[2] Way JM, Gorgun CZ, Tong Q, et al. Adipose tissue resistin expression is severely suppressed in obesity and stimulated by peroxisome proliferators-activated receptor gamma agonists [J]. *J Biol Chem*, 2001, 276:25651-25653.
[3] Savage DB, Sewter CP, Klenk ES, et al. Resistin / Fizz3 expression in relation to obesity and peroxisome proliferators-activated receptor-gamma action in humans [J]. *Diabetes*, 2001, 50(10):2199-2202.

[4] Kahn BB, Flier JS. Obesity and insulin resistance[J]. *J Clin Invest*, 2000, 106(4):473-481.
[5] Hotamisligil GS. The role of TNF α and TNF receptors in obesity and insulin resistance[J]. *J Int Med*, 1999, 245(6):621-625.
[6] Mohamed AV, Prnkney IH, Coppack SW. Adipose tissue as an endocrine and paracrine organ[J]. *Int J Obes Relat Metab Disord*, 1998, 22(1):145-158.
[7] Friedman JM, Halaas JL. Leptin and the regulation of body weight in mammals[J]. *Nature*, 1998, 395(6):763-770.
[8] Shimomura I, Hammer RE, Ikemoto S, et al. Leptin reverses insulin resistance and diabetes mellitus in mice with congenital lipodystrophy[J]. *Nature*, 1999, 401(6734):73-76.
[9] Moller OE. Potential role of TNF α in the pathogenesis of insulin resistance and type 2 diabetes [J]. *Trends Endocrinol Metab*, 2000, 11(6):212-217.

[收稿日期] 2003-12-04

[修回日期] 2004-02-27

[本文编辑] 尹 茶

• 实验研究 •

三种表面改性方法对铸造纯钛颜色稳定性的影响

Influence of surface modification on color stability of cast pure titanium: an *in vivo* study

李笑梅¹, 邱小倩¹, 汪大林¹, 齐文胜¹, 郭天文²

(1. 第二军医大学长海医院口腔科, 上海 200433; 2. 第四军医大学口腔医院修复科, 西安 710032)

[摘要] 目的:评价大气热氧化、阳极氧化和氮化钛镀膜对铸造纯钛在口腔中应用半年后颜色稳定性的影响。方法:制作纯钛试件 36 个,分为对照组(未进行表面改性组)、大气热氧化组(400℃, 30 min)、阳极氧化组(45 V, 10 min)及氮化钛镀膜组(真空多弧离子镀, 200℃, 62 min)。将试件放入全口义齿患者上颌腭侧基板对称的 4 个部位,在口腔中戴用半年后取出,比较试件戴用前后及各组间色差 ΔE 的大小。结果:各实验组戴用过的试件与在空气中自然放置的试件相比, ΔE 均明显增加 ($P < 0.01$);在戴用过的各组试件中,对照组和大气热氧化组,阳极氧化组和氮化钛镀膜组 ΔE 没有显著性差异;而对照组和热氧化组 ΔE 分别明显大于阳极氧化组、氮化钛镀膜组 ($P < 0.05$)。结论:氮化钛镀膜和阳极氧化可以提高纯钛在口腔中戴用后的颜色稳定性,而大气热氧化没有这样的作用。因此从义齿美观角度看,氮化钛镀膜和阳极氧化技术较理想。

[关键词] 大气热氧化;阳极氧化;氮化钛镀膜;钛;颜色

[中图分类号] R 783.1

[文献标识码] B

[文章编号] 0258-879X(2004)08-0894-02

纯钛因其良好的理化性能和生物相容性近年来在口腔临床医学中得到了日益广泛的应用。但它仍存在一定不足,如部分义齿戴用后出现颜色晦暗^[1],耐磨性和耐腐蚀降低等^[2]。牙用金属材料颜色的变化,不仅影响到美观,还是理化性能发生改变的一个表征。为了进一步改善纯钛义齿的质量,增加义齿的美观,本实验对纯钛进行了热氧化、阳极氧化及氮化钛镀膜处理,并就这 3 种表面改性技术对其在口腔中应用后颜色稳定性的影响进行了初步的研究。

1 材料和方法

1.1 试件制备及检测 用光滑蜡片做 0.6 cm × 0.6 cm × 1.0 cm 蜡型 36 个,无水乙醇脱脂后,铸造成纯钛铸件(LZ-2 型真空-压力-离心牙科铸钛机,第四军医大学研制),经 X 线检测后(有气孔者重做)用 150# 水砂纸打磨(轮形打磨机),

测定表面粗糙度 Ra 与 Rz(TR-240 型便携式表面粗糙度仪,时代集团公司;取样长度 0.8 mm,测定长度 4.0 mm,任选 3 点取平均值),并在 SEM(JSM-840 扫描电子显微镜,JEOL Ltd. Japan)下观察,要求各试件表面粗糙度相同,然后依次用蒸馏水(2 次,每次 8 min)、丙酮(3 min)超声清洗。随机分为对照组、大气热氧化组(400℃, 30 min)、阳极氧化组(45 V, 10 min)、氮化钛镀膜组(200℃, 62 min,真空多弧离子镀设备,北京仪器厂)。最后用蒸馏水超声清洗 2 次,每次 8 min,然后浸入丙酮中 15 min,吹干存于无菌容器中。

1.2 实验设计 选口腔黏膜健康的无牙颌患者 6 人,为每人制作一副全口义齿,待其能正常使用后约 2 周在上颌腭部

[作者简介] 李笑梅(1968-),女(汉族),博士,主治医师。

E-mail: jwwuxmli@cableplus.com.cn

基板磨光面对称的4个部位(双侧2个前磨牙之间和2个磨牙之间)分别磨去适量树脂,从4组试件中随机各选1个,用CR-321型彩色色差计(MINOLTA, Japan)测量每个试件的 L^* (代表明度)、 a^* (代表红绿色品坐标)、 b^* (代表黄蓝色品坐标)值(测试前用硫酸钡标准白板校准色差计,测试探头光斑直径为5 mm, D65光源,每个试样自动测量3次,取其平均值),然后将对照组放于⁴⁵舌侧,大气热氧化组放于⁴⁵舌侧,阳极氧化组放于⁶⁷舌侧,氮化钛镀膜组放于⁶⁷舌侧,用自凝树脂将试件粘固。试件应与树脂缓慢移行,不突出于基托表面。嘱患者正常使用义齿,饭后及睡前漱口并用牙刷刷牙膏清洗义齿,但不要洗刷试件。每组剩余的3个试件也分别测量其 L^* 、 a^* 、 b^* 值。6个月后取出试件。以上实验均在第四军医大学口腔医学院完成。将各组戴用过的试件和在空气中自然放置的试件用丙酮超声清洗15 min后再测量 L^* 、 a^* 、 b^* 值,并计算同一试件戴用前后的色差值 ΔE 。

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

1.3 统计学处理 数据用 $\bar{x} \pm s$ 表示,用SASS 6.12软件做 t 检验。

2 结果

在空气中自然放置时,对照组 ΔE 为 0.34 ± 0.02 ,大气热氧化组为 0.26 ± 0.01 ,阳极氧化组为 0.25 ± 0.01 ,氮化钛镀膜组为 0.27 ± 0.02 。戴用后对照组 ΔE 为 9.21 ± 3.60 ,大气热氧化组为 7.79 ± 3.40 ,阳极氧化组为 2.32 ± 0.78 ,氮化钛镀膜组为 2.25 ± 0.96 。各实验组戴用过的试件与在空气中自然放置的试件相比, ΔE 均明显增加($P < 0.01$);在戴用过的各组试件中,对照组和大气热氧化组,阳极氧化组和氮化钛镀膜组 ΔE 没有显著性差异,但对照组 ΔE 明显大于阳极氧化组和氮化钛镀膜组,大气热氧化组 ΔE 也比阳极氧化组和氮化钛镀膜组明显增加($P < 0.05$)。

3 讨论

为了拓宽钛修复体的应用范围,提高其综合性能,已有学者开始了纯钛修复体表面改性的研究,但多限于阳极氧化,相关报道^[3]也不多。对钛进行表面改性可以使表面氧化膜的结构和化学元素组成发生改变,进而改变其物理性能。但作为口腔义齿材料,要求这项技术在获得高质量膜层的同时应尽可能操作简便。表面改性有很多方法,大气热氧化是最简单的一种,经过热氧化处理,表面膜的均匀性、致密性及机械性能可以得到一定改善,但温度不宜过高。Chen等^[4]认为当温度为 400°C ,加热30 min时耐腐蚀性提高最大,因此将其作为本次实验条件;阳极氧化法是通过电化学氧化作用在金属表面形成一层完整、致密、高钝性的氧化膜,工艺比较简单,成本较低,有实验^[3]表明,当着色电位为45 V、作用时间为10 min时形成的色彩最稳定,本研究将其作为实验条件。氮化钛镀膜后表面形成的氮化钛膜是一种综合性能优良

的硬膜材料,具有很多独特的性能,如低密度、高阻抗、低沉积温度,可以显著提高耐腐蚀性、耐磨性和表面硬度而不改变生物相容性,在工业生产中应用较多。

表面改性因改变了表面膜的厚度和致密度,因此当光照时,光通量和对光折射率、反射率发生改变,使氧化膜呈现出不同的色彩。大气热氧化呈淡黄色,阳极氧化和氮化钛镀膜呈金黄色。钛制修复体在口腔中应用后应具有良好的颜色稳定性,否则将影响其美学效果和患者对该材料的选择及接受程度。牙科金属在口腔中应用后颜色改变与很多因素有关。与个体有关的因素有口腔卫生状况、饮食习惯、唾液中蛋白、有机物和微生物含量等^[5],与材料有关的因素有金属表面膜的厚度、硬度、耐磨擦性、表面粗糙度等。闫召民等^[3]发现阳极氧化着色钛在人工唾液中浸泡3~9个月后, L^* 、 a^* 、 b^* 值与浸泡前无明显变化,表明其在人工唾液中具有良好的颜色稳定性。但口腔环境复杂,大气热氧化、阳极氧化及氮化钛镀膜后在口腔中戴用后颜色稳定性如何尚不为人知。本实验采用CIELab表色系统,对这3种表面改性所获得的表面膜在口腔中应用6个月后的颜色稳定性进行了研究。结果发现,各实验组试件戴用后的色差均较在空气中自然放置者有明显的变化,说明口腔环境是引起颜色改变的主要原因。对照组和热氧化组色差改变最大,阳极氧化组和氮化钛镀膜组颜色改变较小,说明阳极氧化和氮化钛镀膜在口腔环境中颜色稳定性较好,是两种质量可靠的表面改性方法。从义齿戴用后试件的 L^* 、 a^* 、 b^* 变化可以发现,颜色改变主要是变红和变黄(资料未列出),由于表面改性后阳极氧化和氮化钛镀膜试件表面呈金黄色,因此颜色变化较小可能与此有关。同时,还可以发现,在本实验条件下,各组试件即使放置在空气中也存在一定的色差,但未超过人眼视觉能够分辨的最小色差(多数学者认为,肉眼可接受的色差为 $\Delta E < 1.3 \sim 1.4$),说明大气热氧化、阳极氧化和氮化钛镀膜后表面颜色虽随着时间的延长也会发生一定的变化,但远没有是在口腔中应用后变化明显。

[参考文献]

- [1] 李笑梅,汪大林,齐文圣. 上颌钛制腭托全口义齿材料临床应用适合性研究[J]. 中国临床康复, 2003, 7(8): 1260-1261.
- [2] Nakagawa M, Matsuya S, Shiraishi T, et al. Effect of fluoride concentration and pH on corrosion behavior of titanium for dental use[J]. *J Dent Res*, 1999, 78(9): 1568-1572.
- [3] 闫召民,郭天文,余建军,等. 电解电压对钛阳极氧化色彩的影响[J]. 实用口腔医学杂志, 2001, 17(6): 530-532.
- [4] Chen G, Wen X, Zhang N. Corrosion resistance and ion dissolution of titanium with different surface microroughness[J]. *Biomed Mater Eng*, 1998, 8(2): 61-74.
- [5] Hersek N, Canay S, Uzun G, et al. Color stability of denture base acrylic resins in three food colorants[J]. *J Prosthet Dent*, 1999, 81(4): 375-379.

[收稿日期] 2003-12-06

[修回日期] 2004-04-07

[本文编辑] 曹静