

[文章编号] 1000-1182(2009)03-0335-05

MgO和TiO₂烧结助剂对 凝胶注模成型氧化锆增韧氧化铝陶瓷性能的影响

王思钱 王薇 杜若茜 张大凤 刘传通 麻健丰

(温州医学院附属口腔医院 口腔修复科, 浙江 温州 325027)

[摘要] 目的 探讨加入氧化锆增韧氧化铝(ZTA)基体粉体质量分数5%的烧结助剂对凝胶注模成型工艺制备牙科ZTA纳米复合陶瓷烧结性能和力学性能的影响。方法 将微米氧化铝和纳米氧化锆按质量比4:1配置体积分数为55%的浆料,同时加入基体粉体质量分数5%的烧结助剂MgO、TiO₂,按二者比例的不同分0、1、2、3、4号组。各组凝胶注模成型后,分别在1 150、1 200、1 300、1 400、1 450、1 500、1 600 °C下保温2 h,冷却后取出抛光,测其三点抗弯强度、线收缩率、相对密度,扫描电镜观察其断面形态。结果 添加1%MgO和4%TiO₂烧结助剂组(1号组)具有最高的抗弯强度,1 600 °C保温2 h后达(401.78±19.50) MPa,高于0号组(380.64±44.50) MPa。MgO含量为基体粉体质量分数2%及以上时,对烧结致密后陶瓷的抗弯强度起降低作用,均比0号组低。MgO含量高于2%及以上,含烧结助剂各组相对密度升高的速率没有明显的区别。烧结温度高于1 200 °C后各组均出现明显的收缩,且含烧结助剂组均高于0号组。结论 含1%MgO和4%TiO₂烧结助剂的ZTA纳米复合陶瓷具有最佳的力学性能。MgO含量为基体粉体质量分数2%及以上时,对ZTA纳米复合陶瓷相对密度速率的提高没有明显的作用,且对ZTA纳米复合陶瓷的力学性能起降低作用。

[关键词] 氧化锆增韧氧化铝陶瓷; 凝胶注模成型; 纳米复合陶瓷

[中图分类号] R783.1 [文献标识码] A

Influence of MgO and TiO₂ on mechanical properties of zirconia toughened alumina ceramics formed by gel-casting technique WANG Si-qian, WANG Wei, DU Ruo-xi, ZHANG Da-feng, LIU Chuan-tong, MA Jian-feng. (Dept. of Prosthodontics, School and Hospital of Stomatology, Wenzhou Medical College, Wenzhou 325027, China)

[Abstract] **Objective** The objective of this study is to investigate the influence of mechanical properties and sintering performance by adding 5% weight percentage aids to nano-compound zirconia toughened alumina(ZTA) ceramics. **Methods** Micrometer Al₂O₃ and nanometer ZrO₂(quality ratio 4:1) were used to get 55% volume percentage slurry. Magnesium oxide and titanium oxide were taken as aids which were 5% weight percentage of the Al₂O₃ and ZrO₂ powder. Five groups(number 0, 1, 2, 3, 4 group) were divided according to different proportion of aids. After gel-casting, the porcelain pieces were sintered at 1 150, 1 200, 1 300, 1 400, 1 450, 1 500, 1 600 °C for 2 hours. Static three-point flexure strength, line shrinkage, relative density were measured and scanning electron microscopy(SEM) was used to observe section. **Results** Number 1(MgO 1%, TiO₂ 4%) group had the highest bending strength. It was (401.78±19.50) MPa after sintering at 1 600 °C for 2 hours and was higher than 0 group (380.64±44.50) MPa. Bending strength became lower than 0 group when MgO was more than 2% or more than that weight percentage of ZTA powder. When MgO content was higher than 2% or more than that weight percentage, there was no difference in relative density raising rate between each sintering assistants groups. When the sintering temperature was higher than 1 200 °C, all groups showed obvious line-shrinkage and the groups which contained sintering assistants were all was higher than 0 group. **Conclusion** Adding MgO and TiO₂ aids from 1% to 4% weight percentage of ZTA will

promote fritting and increase ZTA nano-compound ceramics mechanical properties. Adding 2% MgO aids or more than that weight percent will has no obvious help to increase the relative density raising rate of ZTA nano-compound ceramics and will degrade the mechanical properties of ZTA nano-compound ceramics.

[收稿日期] 2008-09-18; [修回日期] 2008-11-05

[基金项目] 国家自然科学基金资助项目(30870632);温州市科技局对外科技合作交流资助项目(H20070038)

[作者简介] 王思钱(1979-),男,浙江人,住院医师,硕士

[通讯作者] 麻健丰, Tel: 0577-88063033

[Key words] zirconia toughened alumina ceramics ; gel-casting ; nano-compound ceramics

全瓷冠桥修复体因与釉质的透明度和折射率接近, 可达到最佳美学效果, 加之其生物相容性好, 受到患者的青睐。全瓷修复已经成为当今口腔固定修复的主要发展趋势之一^[1-2]。目前国内外市场上研制的全瓷体系中, 主要有Procera All-Ceram、Vita In-Ceram、IPS-Empress 2、GI-氧化铝玻璃渗透陶瓷及CAD/CAM技术制备的高强度全瓷5种全瓷冠材料的强度能够达到临床使用要求, 但实际应用中由于性能尚不理想或加工困难等原因^[3], 仍主要用于单冠及前牙固定桥。近20年来随着纳米技术的发展, 纳米陶瓷以独特的特性和优异的性能逐渐地渗透到生活的各个领域。纳米陶瓷最具有吸引力的性能是: 室温超塑性和高韧性, 其正好弥补了普通陶瓷的弱点。众多学者都利用纳米陶瓷的优异特点对牙缺失修复的陶瓷材料进行改性和成份的优化, 本实验主要采用凝胶注模技术成型牙科氧化锆增韧氧化铝(zirconia toughened alumina, ZTA)纳米复合陶瓷, 考察加入质量分数5%的烧结助剂MgO、TiO₂对ZTA纳米复合陶瓷性能的影响。

1 材料和方法

1.1 实验材料

微米Al₂O₃(河南济源兄弟材料有限责任公司), 纳米TiO₂(锐钛矿相有限公司)、微米MgO(浙江宏晟科技公司), 纳米ZrO₂(南京海泰纳米材料有限公司), 高效分散剂SD-07(南京霄科纳米陶瓷技术开发有限公司), 丙烯酰胺、过硫酸铵、四甲基乙二胺、亚甲基双丙烯酰胺(北京拜尔迪生物公司)。

1.2 实验设备

NDN-100型微机控制电子万能实验机(深圳凯利实验仪器有限公司), QM-3SP2J行星式球磨机(南京大学仪器厂), SSX-12-1箱式电阻炉、KSY-12D-18电炉温度控制器(上海实验电炉厂), DHG-9030A型电热恒温鼓风干燥箱(上海精密实验设备有限公司), S-3000N/H扫描电子显微镜(日本日立公司), Twister 1800-0000真空搅拌机(Remfert公司, 德国)。

1.3 实验方法

1.3.1 实验流程 微米Al₂O₃粉体与纳米ZrO₂粉体两者的质量比为4:1^[4], 同时添加二者粉体质量分数5%的烧结助剂^[5-6]。按添加成份比例的不同分为0、1、2、3、4号组(表1)。首先将粉体、烧结助剂分散于含有机单体AM和交联剂MBAM的水溶液中(质量比AM:MBAM=24:1, 二者的水溶液质量分数为15%),

加入分散剂SD-07, 浓盐酸和浓氨水调节浆料pH值到9.5, 借助真空球磨工艺在行星式球磨机上以198 r/min球磨24 h, 得到混合好的浆料。然后加入引发剂和催化剂, 超声搅拌混合均匀, 将浓悬液注入32 mm×8 mm×6 mm形状的模具中, 在常温下引发单体的原位聚合形成坯体。坯体脱模后经室温干燥48 h, 然后放入恒温干燥箱中120 °C干燥12 h, 修整所有坯体形成30 mm×6 mm×4 mm初坯。初坯拟在1 150、1 200、1 300、1 400、1 450、1 500、1 600 °C下烧结, 各温度段各组均烧结5块, 共175块初坯。

表 1 各组烧结助剂的量占ZTA粉体的质量分数(%)

Tab 1 The sintering accessory ingredient's weight percent of ZTA powder each group(%)

组别	烧结助剂的量占ZTA粉体的质量分数	
	MgO	TiO ₂
0	0	0
1	1	4
2	2	3
3	3	2
4	4	1

1.3.2 试样性能的测试 本实验主要测试试样的相对密度、线收缩率、三点抗弯强度、烧结样品的电镜观察(用扫描电子显微镜观察烧结体试件断面的晶粒形貌)。

1.4 数据的统计分析

使用SPSS 11.5软件对数据进行统计分析。

2 结果

2.1 5组样品的相对密度

5组样品各烧结温度下的相对密度见图1。

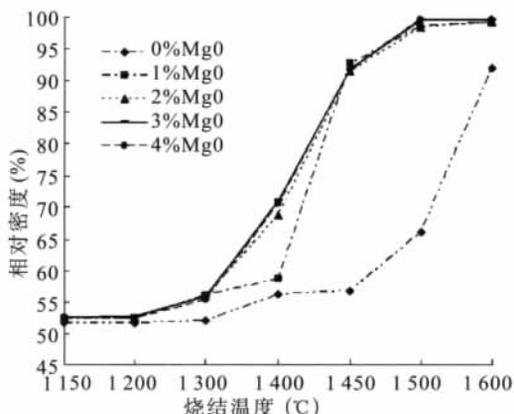


图 1 5组样品在各烧结温度下的相对密度曲线

Fig 1 The relative density of five groups after sintering at each temperature

图1示, MgO含量为基体粉体质量分数2%及以

上时,对相对密度速率的提高没有明显的作用。1 200 °C以下并不能明显的提高样品的相对密度。1 300 °C后促进烧结作用非常明显。1 450 °C保温2 h后,样品相对密度从初始的平均52.51%提高到(91.16±0.61)%以上,而无烧结助剂0号组仅从51.72%提高到56.86%,由此可见MgO和TiO₂能明显促进烧结。含烧结助剂组1 500~1 600 °C间相对密度提高幅度已很小,可见在1 500 °C左右已烧结致密。

2.2 5组样品的线收缩率

由表2可见,1 150 °C时各组的线收缩率均很小,最高是1号组0.231%。1 200 °C后相同的烧结温度下,1、2、3、4组的线收缩率明显比0号组高。1 600 °C保温2 h后,2号组收缩率最高19.611%,相对密度99.38%,已完全烧结致密。含烧结助剂各组完全烧结致密后,平均线收缩率为(19.10±0.43)%。

表 2 5组样品在各烧结温度下的线收缩率(%)

Tab 2 The shrinkage of five groups after sintering at each temperature(%)

温度(°C)	0号组(0%MgO)	1号组(1%MgO)	2号组(2%MgO)	3号组(3%MgO)	4号组(4%MgO)
1 150	0.094±0.076	0.231±0.132	0.211±0.063	0.202±0.067	0.127±0.875
1 200	0.081±0.017	0.613±0.042	0.268±0.041	0.212±0.050	0.108±0.021
1 300	0.740±0.060	3.670±0.106	3.775±0.114	3.581±0.108	2.535±0.293
1 400	2.729±0.096	6.698±0.155	10.257±0.181	12.255±0.317	9.836±0.205
1 450	4.594±0.298	16.873±0.125	16.388±0.157	16.374±0.124	15.422±0.226
1 500	8.040±0.086	17.314±0.091	18.959±0.252	19.071±0.180	17.835±0.188
1 600	16.951±0.350	19.062±0.170	19.611±0.406	18.789±0.240	18.929±0.324

2.3 5组样品的三点抗弯强度

表3示1号组1 600 °C保温2 h抗弯强度(401.78±19.50) MPa,抗弯强度最高,高于0号组(380.64±44.50) MPa。MgO含量为基体粉体质量分数2%及以

上时,对烧结致密后陶瓷样品的抗弯强度起到降低作用,均比0号组低。1 200 °C前,5组的抗弯强度之间的差异没有统计学意义($P>0.05$)。含烧结助剂4组1 300 °C前之间的差异也没有统计学意义($P>0.05$)。

表 3 5组样品在各烧结温度下的三点抗弯强度(MPa)

Tab 3 The bending strength of five groups after sintering at each temperature(MPa)

温度(°C)	0号组(0%MgO)	1号组(1%MgO)	2号组(2%MgO)	3号组(3%MgO)	4号组(4%MgO)
1 150	18.57±1.58	19.26±1.57	20.05±3.38	20.38±3.35	19.83±2.78
1 200	22.48±9.49	20.72±2.18	20.79±1.90	19.76±3.75	20.32±2.22
1 300	30.55±11.01	66.31±15.13	70.66±4.35	57.03±5.74	64.94±3.27
1 400	74.30±16.97	84.77±7.03	145.97±10.50	196.63±32.87	130.24±21.89
1 450	78.66±8.84	129.89±10.99	233.30±9.07	280.60±23.44	275.88±18.99
1 500	142.23±25.94	353.96±44.15	295.43±35.51	292.23±39.35	314.01±33.62
1 600	380.64±44.50	401.78±19.50	349.82±12.65	312.57±25.41	332.91±7.85

2.4 烧结样品断面的形态

图2示1号组1 300 °C烧结后形态,1 300 °C保温2 h后晶界形成明显,多孔的网络骨架形成,可见有玻璃相形成,沿晶断裂与穿晶断裂均可见,抗弯强度66.31 MPa。图3示,1号组1 400 °C与1 300 °C相似,但其相对密度和抗弯强度均提高,多孔的网络骨架更加明显和优良。图4示1号组1 450 °C烧结后形态,1号组1 450 °C保温2 h后晶粒发育已经比较完全,相对密度92.8%,异常长大的晶粒少见,断面可见分布不均的100 nm左右颗粒。图5示,1号组1 500 °C时晶粒发育更加完全,相对密度98.6%,可见有异常长大的晶粒和一些闭气孔存在。

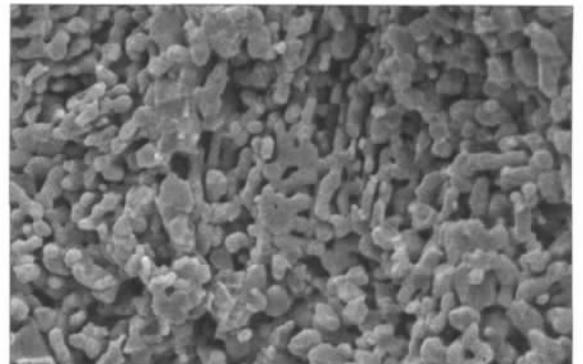


图 2 1号组1 300 °C烧结后形态 SEM ×4 000

Fig 2 The picture of number 1 group sintering at 1 300 °C SEM ×4 000

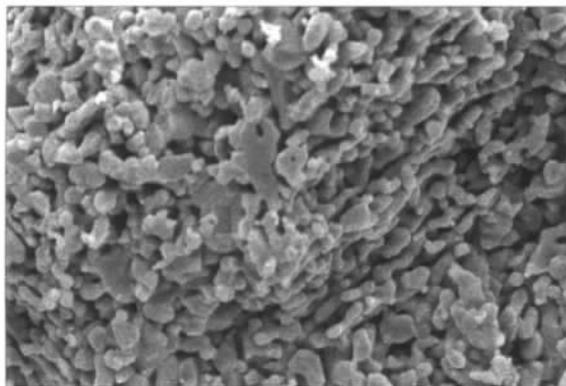


图 3 1号组1400 °C烧结后形态 SEM ×4000

Fig 3 The picture of number 1 group sintering at 1400 °C SEM ×4000

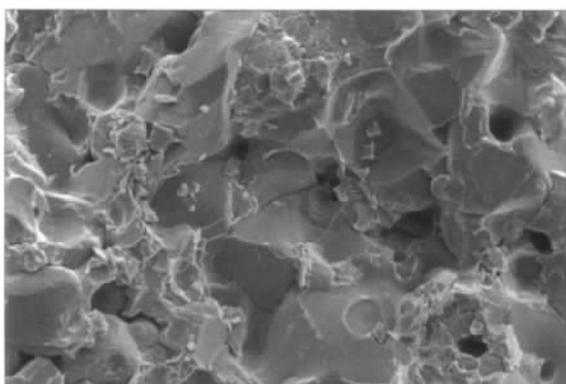


图 4 1号组1450 °C烧结后形态 SEM ×4000

Fig 4 The picture of number 1 group sintering at 1450 °C SEM ×4000

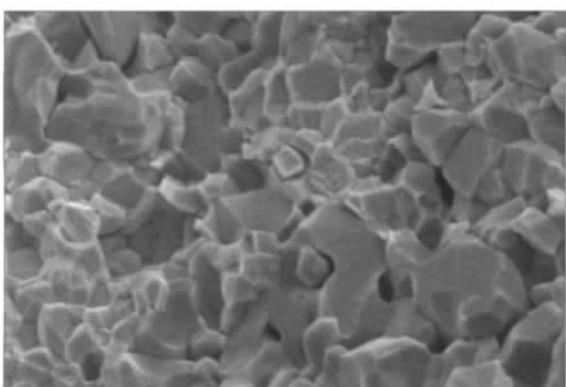


图 5 1号组1500 °C烧结后形态 SEM ×1500

Fig 5 The picture of number 1 group sintering at 1500 °C SEM ×1500

3 讨论

3.1 烧结助剂的成份与力学性能的关系

由表3可知, 1号组(1%MgO和4%TiO₂)1600 °C保温2 h后其抗弯强度为(401.78±19.50) MPa, 抗弯强度最高, 高于0号组(380.64±44.50) MPa。而2、3、4号组在1600 °C烧结后却比0号组低, 这可能与加入的MgO含量过多有关系。

已有研究^[5-6]表明, 铝瓷中添加少量MgO后, 材料强度出现较大幅度上升, X线衍射分析发现材料中有镁铝尖晶石形成, 它位于晶界, 起到钉扎晶界、抑制晶粒长大和促进气孔排除的作用, 从而使材料强度提高。但对于MgO的添加含量并未见有系统的明确报道。有资料研究^[7-8]表明, 加入质量分数为2%MgO, Al₂O₃陶瓷烧结时的活化能为397.1 kJ/mol, 而加入质量分数为5%时其活化能为543.4 kJ/mol, 此时MgO超过了其在液相中的溶解度。实验经X射线衍射分析, MgO-Al₂O₃悬浮于液体中, 增大液相黏度, 阻碍烧结的进行, 出现欠烧现象, 引起晶体发育不完全, 气孔率上升, 性能下降。所以本实验中当MgO的质量分数高于1%以后, 其在1600 °C保温2 h后的力学性能比0号组低, 与上述的研究机制相符。若加入的MgO过少, 则Mg²⁺与Al³⁺形成的固溶体量少, 不能完全有效的抑制晶粒生长, 晶体内部的扩散较慢, 导致部分晶粒粗大且不均匀, 闭气孔较多, 致密度下降。所以只有加入量适当时才能促进烧结, 若不恰当选择添加剂或加入量过多, 反而会引起阻碍烧结的作用, 因为过多量的添加剂会妨碍烧结相颗粒的直接接触, 影响传质过程的进行。

郭瑞松等^[5-6, 9]研究了改善ZrO₂/Al₂O₃基复合陶瓷烧结性能的复合添加剂。他们在ZTA材料中添加MgO、硅酸盐物质、过渡/稀土化合物3部分物质, 利用其综合叠加效应, 在加入量不大的前提下(小于5%), 不但较显著地降低氧化铝陶瓷烧结温度, 同时获得较好的力学性能。他们的实验发现, 硅酸盐液相物质虽然可以促进烧结致密化, 但高加入量却对材料性能带来不利影响。在低加入量基础上再添加过渡/稀土化合物对材料性能出现不同的影响, 添加La₂O₃的材料强度出现较大幅度上升, 添加CeO₂也出现一定程度的提高, 显示了优选复合添加剂既可在较低温度下达到致密烧结, 又可使材料获得较高强度。而添加其他烧结助剂虽然对材料烧结性呈现不同程度促进作用, 但对获得高强度材料没有起到明显作用。

表3示2、3、4号组在1600 °C烧结后抗弯强度比0号组低, 还可能与材料在低于此温度下已烧结致密有关系, 到此烧结温度时, 材料过度烧结, 晶粒异常长大及MgO的含量过多阻碍烧结作用有关。1号组完全烧结后具有最高的抗弯强度, 与赵克等^[10]和吴镇江等^[11]的研究结果相近。各组在1200 °C以下烧结时抗弯强度没有明显区别。1300~1500 °C间, 含烧结助剂组均比0号组抗弯强度高, 这是由于此烧结温度区间, 添加剂的液相促进烧结作用明显, 材料的致密度上升较快, 使材料在较低的温度下进入

烧结的中期和末期阶段,因此其抗弯强度相对0号组要高。

因此加入适量的烧结助剂能促进烧结,提高材料的力学性能,若不恰当选择添加剂或加入量过多,反而会引起阻碍烧结的作用,降低材料的力学性能。实验表明添加质量分数为1% MgO和4% TiO₂烧结助剂能提高ZTA纳米复合陶瓷的性能,并明显的促进烧结。

3.2 烧结助剂成份与致密化的关系

不论添加少量或多量的MgO,都可以促进Al₂O₃的致密化,但机制不一样。在固溶极限以下主要是由于提高了点缺陷浓度,加速Al³⁺的晶格扩散。而当MgO的添加量增加,超过固溶极限以上,则第二相MgAl₂O₄在晶界的钉扎就发生了作用。所以烧结助剂中加入MgO,是为了利用MgO于晶界处的分凝,通过溶质阻滞,减慢晶粒生长速度,或者由于形成MgAl₂O₄第二相,分布Al₂O₃颗粒之间,起到钉扎晶界作用,抑制了晶粒异常长大,并促进排出气孔,故可促进致密化,获得致密的陶瓷结构。

本实验的结果提示MgO在质量分数为2%及以上时,含烧结助剂各组相对密度升高的速率已没有明显的区别,因此MgO最好在质量分数为1%左右为宜,与赵克等^[10]研究相近。TiO₂的晶格常数与Al₂O₃相近,因此通常能与Al₂O₃形成连续固溶体(阳离子半径与Al³⁺的离子半径相差较小时)或有限固溶体,结果使晶格畸变而获得活化,产生大量缺陷或者空位使扩散速度增大,传质作用明显,可降低烧结温度至1450℃左右,提高烧结速率,使结构致密化。其机制是:由于Ti⁴⁺的离子半径与Al³⁺的离子半径接近,因此Ti⁴⁺极易取代Al³⁺而形成TiO₂-Al₂O₃固溶体,并引起晶格畸变。另外,为了达到电荷平衡,必定会留下空位,这有利于烧结。同时,当TiO₂-Al₂O₃烧结到高温时,Ti⁴⁺会还原为Ti³⁺,而Ti³⁺的离子半径为0.069 nm,比Ti⁴⁺的0.064 nm还大,这使Al₂O₃的晶格歪斜、扭曲比Ti⁴⁺引起的更严重。正是由于Ti₂O₃及TiO₂的综合作用,使得Al₂O₃的烧结温度降低^[12-13]。基于以上的原理,所以本实验采用TiO₂这种添加剂,使其达到促进烧结的作用。

在固相烧结中,少量添加剂可与主晶相形成固溶体,促进缺陷增加;在液相烧结中,添加剂能改变液相的性质,因而都能起促进烧结作用。赵克等^[10]采用Al₂O₃-CaO-MgO-SiO₂系统来研制纳米氧化铝陶瓷,结果显示,质量分数为1.29% MgO试样组的陶瓷晶粒均匀且发育比较完全,1300℃烧结后,晶体发育差,且气孔较多,随着烧结温度的升高,晶粒逐渐增大;在1450℃时可见瓷体晶粒发育较完

全。学者^[12,14-15]采用凝胶注模成型Al₂O₃,对TiO₂烧结助剂的加入对最终陶瓷烧结密度的影响和添加烧结助剂后高温烧结陶瓷表面形态的变化进行了研究,1300℃下添加1%的TiO₂就可以使烧结密度达到理论密度的84.8%,比纯的Al₂O₃烧结密度高出31%,当添加TiO₂达到5%时,烧结密度可以达到理论密度的97%。所以,添加TiO₂可以大大降低Al₂O₃陶瓷的烧结温度,并可以使Al₂O₃无压烧结密度提高。

所以,在相同的烧结温度下,含烧结助剂各组均比0号组致密,相对密度、线收缩率也比0号组大。MgO的含量高于质量分数为1%以后烧结助剂各组相对密度升高的速率没有明显的区别。烧结温度高于1200℃后各组均出现明显的收缩,含烧结助剂组均高于0号组,且在1500℃左右已烧结致密,表明烧结助剂MgO和TiO₂能明显的促进烧结,与上述的研究机制相符。

综上所述,含1%MgO和4%TiO₂烧结助剂的ZTA纳米复合陶瓷具有最佳的力学性能。MgO含量为基体粉体质量分数2%及以上时,对ZTA纳米复合陶瓷相对密度速率的提高没有明显的作用,且对ZTA纳米复合陶瓷的力学性能起降低作用。

[参考文献]

- [1] McLean JW. Evolution of dental ceramics in the twenties century[J]. J Prosthet Dent, 2001, 85(1): 61-66.
- [2] Rosenblum MA, Schulman A. A review of all-ceramic restorations[J]. J Am Dent Assoc, 1997, 128(3): 297-307.
- [3] 柴枫, 徐凌, 廖运茂, 等. 氧化锆增韧的纳米复合渗透陶瓷粉体性能的研究[J]. 实用口腔医学杂志, 2002, 18(6): 518-521. CHAI Feng, XU Ling, LIAO Yun-mao, et al. Study of characteristics of zirconia toughened glass infiltrated nanometer-ceramic composite powder(Al₂O₃/nZrO₂) [J]. J Pract Stomatol, 2002, 18(6): 518-521.
- [4] 刘发民, 孟国文, 关晓威. 纳米氧化锆弥散增强氧化铝陶瓷的实验研究[J]. 西安建筑科技大学学报, 1996, 28(1): 105-108. LIU Fa-min, MENG Guo-wen, GUAN Xiao-wei. On dispersive strengthening alumina with nanometer-sized zirconia[J]. J Xi'an Univ Arch Tech, 1996, 28(1): 105-108.
- [5] 郭瑞松, 杨正芳, 袁启明, 等. 复合助剂对ZTA陶瓷烧结性能的影响[J]. 硅酸盐学报, 1999, 27(2): 258-263. GUO Rui-song, YANG Zheng-fang, YUAN Qi-ming, et al. Influences of complex sintering aids on sinterability of ZTA ceramics[J]. J Chinese Ceramic Society, 1999, 27(2): 258-263.
- [6] 郭瑞松, 陈玉如, 杨正芳, 等. 利用复合烧结助剂改善氧化铝陶瓷力学性能初探[J]. 陶瓷报, 1999, 20(1): 9-12. GUO Rui-song, CHEN Yu-ru, YANG Zheng-fang, et al. Improvement of mechanical property of alumina-based ceramics by taking advantage of complex sintering aids[J]. J Ceramics, 1999,

- TU Xiao-li. Growth factors and periodontal tissue engineering[J]. Foreign Medical Sciences Biomedical Engineering, 2002, 25(2) : 70-72.
- [2] Lin DG, Kenny DJ, Barrett EJ, et al. Storage conditions of avulsed teeth affect the phenotype of cultured human periodontal ligament cells[J]. J Periodontal Res, 2000, 35(1) :42-50.
- [3] 峰煜, 周彬. 牙周韧带细胞的表型分化及其表面标记物[J]. 国外医学口腔医学分册, 2003, 30(4) :280-282.
- FENG Yu, ZHOU Bin. Phenotype differentiation and surface marker of periodontal ligament cell [J]. Foreign Medical Sciences (Stomatology), 2003, 30(4) :280-282.
- [4] Bazley LA, Gullick WJ. The epidermal growth factor receptor family[J]. Endocr Relat Cancer, 2005, 12(Suppl 1) S17-S27.
- [5] Parkar MH, Kuru L, Giouzeli M, et al. Expression of growth factor receptors in normal and regenerating human periodontal cells[J]. Arch Oral Biol, 2001, 46(3) :275-284.
- [6] Matsuda N, Kumar NM, Ramakrishnan PR, et al. Evidence for up-regulation of epidermal growth-factor receptors on rat periodontal ligament fibroblastic cells associated with stabilization of phenotype *in vitro*[J]. Arch Oral Biol, 1993, 38(7) :559-569.
- [7] 李纾, 杨丕山, 曹金芳, 等. 表皮生长因子受体在人牙周膜成纤维细胞体外矿化中的作用[J]. 华西口腔医学杂志, 2006, 24(1) : 11-14.
- LI Shu, YANG Pi-shan, CAO Jin-fang, et al. Expression of epidermal growth factor receptor in human periodontal ligament cells during their mineralization *in vitro*[J]. West China J Stomatol, 2006, 24(1) :11-14.
- [8] Cho MI, Garant PR, Lee YL. Periodontal ligament fibroblasts, preosteoblasts, and prechondrocytes express receptors for epidermal growth factor *in vivo* : A comparative radioautographic study [J]. J Periodontal Res, 1988, 23(5) :287-294.
- [9] Antosz ME, Bellows CG, Aubin JE. Effects of transforming growth factor beta and epidermal growth factor on cell proliferation and the formation of bone nodules in isolated fetal rat calvaria cells [J]. J Cell Physiol, 1989, 140(2) :386-395.
- [10] Murakami S, Takayama S, Ikezawa K, et al. Regeneration of periodontal tissues by basic fibroblast growth factor[J]. J Periodontal Res, 1999, 34(7) :425-430.
- [11] Takayama S, Murakami S, Miki Y, et al. Effects of basic fibroblast growth factor on human periodontal ligament cells[J]. J Periodontal Res, 1997, 32(8) :667-675.
- [12] Yamada S, Ozawa Y, Tomoeda M, et al. Regulation of PLAP-1 expression in periodontal ligament cells[J]. J Dent Res, 2006, 85(5) :447-451.
- [13] Bar-Kana I, Savion N, Narayanan AS, et al. Cementum attachment protein manifestation is restricted to the mineralized tissue forming cells of the periodontium[J]. Eur J Oral Sci, 1998, 106(Suppl 1) :357-364.

(本文编辑 王晴)

(上接第339页)

- 20(1) :9-12.
- [7] 钦征骑. 新型陶瓷材料手册[M]. 南京:江苏科学技术出版社, 1995 :106.
- QIN Zheng-qi. New ceramic material handbook [M]. Nanjing : Jiangsu Science and Technology Publishing House, 1995 :106.
- [8] 高如琴, 王健东. MgO对Al₂O₃的影响[J]. 现代技术陶瓷, 2000, 85(3) :23-26.
- GAO Ru-qin, WANG Jian-dong. Effect of MgO on properties of alumina ceramics[J]. Advanced Ceramics, 2000, 85(3) :23-26.
- [9] 郭瑞松, 郭多力, 齐海涛, 等. 添加稀土氧化物对氧化铝复相陶瓷性能的影响[J]. 硅酸盐学报, 2002, 30(1) :112-116.
- GUO Rui-song, GUO Duo-li, QI Hai-tao, et al. Effects of adding rare earth oxides on properties of zirconia-toughened alumina ceramic[J]. J Chinese Ceramic Society, 2002, 30(1) :112-116.
- [10] 赵克, 巢永烈, 杨世源. 牙科纳米氧化铝陶瓷的烧结研究[J]. 口腔医学纵横, 2001, 17(4) :253-255.
- ZHAO Ke, CHAO Yong-lie, YANG Shi-yuan. Sintering research on nano dental alumina ceramics[J]. J Comprehensive Stomatol, 2001, 17(4) :253-255.
- [11] 吴镇江, 臧丽坤, 陈运法, 等. Al₂O₃凝胶注模成型及添加TiO₂烧结助剂的影响[J]. 过程工程学报, 2001, 1(4) :398-401.
- WU Zhen-jiang, ZANG Li-kun, CHEN Yun-fa, et al. Gelcasting of Al₂O₃ with TiO₂ added : The effects of sintering aid and dispersant[J]. Chinese J Process Engineering, 2001, 1(4) :398-401.
- [12] 刘大成. 氧化铝陶瓷及其烧结[J]. 中国陶瓷, 1998, 34(5) :13-15.
- LIU Da-cheng. Alumina ceramics and sintering[J]. China Ceramics, 1998, 34(5) :13-15.
- [13] 李国华, 陈树江, 窦叔菊, 等. 纳米级TiO₂添加剂对Al₂O₃微观结构与烧结性能的影响[J]. 鞍山科技大学学报, 2006, 29(1) :12-15.
- LI Guo-hua, CHEN Shu-jiang, DOU Shu-ju, et al. Effect of nanosized TiO₂ as additive on microstructure and sintering characteristic of Al₂O₃ ceramic[J]. J Anshan University Science Technology, 2006, 29(1) :12-15.
- [14] Xue LA. Effect of liquid-forming additives on low-temperature superplastic deformation of alumina[J]. J Mater Sci Letters, 1992, 11(21) :1395-1397.
- [15] Zeng YP, Jiang DL, Greil P. Tape casting of aqueous Al₂O₃ slurries[J]. J Eur Ceram Soc, 2000, 20(11) :1691-1697.

(本文编辑 汤亚玲)