



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114933489 B

(45) 授权公告日 2023.03.24

(21) 申请号 202210774924.1

审查员 胡志觅

(22) 申请日 2022.07.01

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 114933489 A

(43) 申请公布日 2022.08.23

(73) 专利权人 杭州新致美义齿研发有限公司

地址 310026 浙江省杭州市临平区星桥街
道星星路22号3幢3楼

(72) 发明人 郑小晶

(74) 专利代理机构 北京维正专利代理有限公司

11508

专利代理师 尚晓芹

(51) Int.Cl.

C04B 41/87 (2006.01)

权利要求书1页 说明书10页

(54) 发明名称

一种全瓷牙染色液、制备方法及染色液在全瓷牙上的应用

(57) 摘要

本申请涉及义齿制备技术领域,具体公开了一种全瓷牙染色液、制备方法及染色液在全瓷牙上的应用,一种全瓷牙染色液包含如下原料:染色剂、溶剂、分散剂、负载二氧化钛纳米线、氮化硼、润滑剂;其制备方法为:称取负载二氧化钛纳米线、氮化硼分散在溶剂中,然后添加分散剂,搅拌均匀,制得初混料;称取染色剂添加到初混料中搅拌均匀,然后添加润滑剂继续搅拌均匀,制得成品全瓷牙染色液;染色液在全瓷牙上的应用,制备二氧化锆全瓷牙基体,然后在二氧化锆全瓷牙基体表面涂刷染色液,涂刷结束后,进行一次烧结、再次涂刷染色液,二次烧结,制得成品全瓷牙;使全瓷牙具有仿真透明度好且透明度高的效果。

1. 一种全瓷牙染色液,其特征在于,包含如下重量份的原料:染色剂5-20份、溶剂90-120份、分散剂5-25份、负载二氧化钛纳米线0.2-1份、氮化硼0.1-0.6份、润滑剂1-3份;

负载二氧化钛纳米线采用如下方法制备而成:

称取二氧化钛纳米线分散在稀醋酸溶液中,二氧化钛纳米线与稀醋酸溶液质量比为1:130-160,然后添加壳聚糖搅拌均匀,二氧化钛纳米线与壳聚糖质量比为1:0.5-1.5,再添加氯化钙和载料介孔纳米二氧化硅,二氧化钛纳米线与氯化钙、载料介孔纳米二氧化硅的质量比为1:0.4-1:0.5-1.5,分散均匀后,经干燥,制得成品;

所述载料介孔纳米二氧化硅采用如下方法制备而成:

采用介孔纳米二氧化硅负载小苏打,制得包覆料;将包覆料置于海藻酸钠溶液中分散均匀,包覆料与海藻酸钠溶液质量比为1:3-8,然后经干燥、打散,制得成品。

2. 根据权利要求1所述的一种全瓷牙染色液,其特征在于,所述氮化硼的粒径为80-200nm。

3. 根据权利要求1所述的一种全瓷牙染色液,其特征在于,所述润滑剂为月桂酸单甘油酯。

4. 根据权利要求1所述的一种全瓷牙染色液,其特征在于,所述分散剂为聚乙二醇。

5. 根据权利要求1所述的一种全瓷牙染色液,其特征在于,所述溶剂为蒸馏水。

6. 权利要求1-5任一项所述的一种全瓷牙染色液的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

S1、称取负载二氧化钛纳米线、氮化硼分散在溶剂中,然后添加分散剂,搅拌均匀,制得初混料;

S2、称取染色剂添加到初混料中搅拌均匀,然后添加润滑剂继续搅拌均匀,制得成品全瓷牙染色液。

7. 权利要求1-6任一项所述的全瓷牙染色液在全瓷牙上的应用,其特征在于,制备二氧化锆全瓷牙基体,然后在二氧化锆全瓷牙基体表面涂刷染色液,涂刷结束后,进行一次烧结、再次涂刷染色液,二次烧结,制得成品全瓷牙。

8. 根据权利要求7所述的全瓷牙染色液在全瓷牙上的应用,其特征在于,所述一次烧结以4-10°C/min的升温速率升温至750-850°C,保温15-25min,然后升温至1100-1350°C,保温40-80min。

一种全瓷牙染色液、制备方法及应用

技术领域

[0001] 本申请涉及义齿制备技术领域,更具体地说,它涉及一种全瓷牙染色液、制备方法及应用。

背景技术

[0002] 全瓷牙又称全瓷冠,是覆盖全部牙冠表面,且不含金属内冠的瓷修复体,由于不含金属,所以能够与牙齿颜色较为接近,相比于金属的瓷修复体更加美观、半透明度与天然牙齿较为接近,基本可以达到仿真的效果。

[0003] 根据制作材料的不同,一般分为玻璃陶瓷类全瓷牙、氧化铝、氧化锆全瓷牙;其中,玻璃陶瓷类全瓷牙颜色美观,具有半透明效果,但是遮色效果和强度稍差,而氧化铝、氧化锆全瓷牙较为坚固,所以氧化铝、氧化锆全瓷牙逐渐受到人们喜爱。

[0004] 随着人们对牙齿的美观度要求越来越高,全瓷牙的仿真透明效果常需要借助染色液予以实现,染色液能够根据不同原始牙的颜色对全冠牙的颜色进行调整;较薄的全瓷牙表面,能够具有更好的仿真透明效果,但较薄的全瓷牙由于其硬度首先使其承受的咬合力较小,容易产生崩瓷的问题。

[0005] 因此,如何制得一种强度高且仿真透明度高的全瓷牙,是一个有待解决的问题。

发明内容

[0006] 为了制得一种强度高且仿真透明度高的全瓷牙,本申请提供一种全瓷牙染色液、制备方法及应用。

[0007] 第一方面,本申请提供一种全瓷牙染色液,采用如下的技术方案:

[0008] 一种全瓷牙染色液,包含如下重量份的原料:染色剂5-20份、溶剂90-120份、分散剂5-25份、负载二氧化钛纳米线0.2-1份、氮化硼0.1-0.6份、润滑剂1-3份。

[0009] 通过采用上述技术方案,染色剂、分散剂、负载二氧化钛纳米线、氮化硼、润滑剂相配合,利用分散剂较好的分散作用,促进染色剂、负载二氧化钛纳米线、氮化硼在染色液中较为均匀的分散,使成品全瓷牙的染色效果良好,具有较好的仿真透明度;利用负载二氧化钛纳米线较高的机械强度配合氮化硼较好的填充强度,使全瓷牙表面染色液形成的染色层具有较高的机械强度,从而使较薄的全瓷牙仍具有较高的机械强度,同时具有较好的仿真透明度。

[0010] 优选的,所述负载二氧化钛纳米线采用如下方法制备而成:

[0011] 称取二氧化钛纳米线分散在稀醋酸溶液中,二氧化钛纳米线与稀醋酸溶液质量比为1:130-160,然后添加壳聚糖搅拌均匀,二氧化钛纳米线与壳聚糖质量比为1:0.5-1.5,再添加氯化钙和载料介孔纳米二氧化硅,二氧化钛纳米线与氯化钙、载料介孔纳米二氧化硅的质量比为1:0.4-1:0.5-1.5,分散均匀后,经干燥,制得成品。

[0012] 通过采用上述技术方案,二氧化钛纳米线分散到稀醋酸溶液中后,添加壳聚糖,利用壳聚糖的溶解原理,然后配合氯化钙的交联作用以及载料介孔纳米二氧化硅的分散效

果,使得二氧化钛纳米线表面形成壳聚糖交联网络,并且交联网络中分散有载料介孔纳米二氧化硅。

[0013] 当全瓷牙受力时,负载二氧化钛纳米线形成的网络结构利用其较好的连结效果配合氮化硼较高的机械强度,尽量避免全瓷牙受力产生崩瓷的现象,并且网络结构具有较好的透明度,使全瓷牙具有较高强度的同时具有较好的仿真透明度。

[0014] 浓咖啡、浓茶上的色素物质容易附着在全瓷牙表面,从而影响全瓷牙的颜色;当全瓷牙与浓咖啡、浓茶接触后,利用全瓷牙上染色液形成的染色层较好的疏水阻隔效果,减少浓咖啡、浓茶中色素停留在全瓷牙表面;并且利用负载二氧化钛纳米线中壳聚糖较好的杀菌效果,尽量避免口腔菌体在全瓷牙表面附着,从而尽量避免菌体的附着使全瓷牙变黄;同时当全瓷牙受到冲牙器的水流冲洗时,利用二氧化钛纳米线较高的机械强度和连接效果,能够保护全瓷牙,使全瓷牙表面残留色素被清除的同时尽量避免全瓷牙受到损害,以延长全瓷牙使用寿命。

[0015] 优选的,所述载料介孔纳米二氧化硅采用如下方法制备而成:

[0016] 采用介孔纳米二氧化硅负载小苏打,制得包覆料;将包覆料置于海藻酸钠溶液中分散均匀,包覆料与海藻酸钠溶液质量比为1:3-8,然后经干燥、打散,制得成品。

[0017] 通过采用上述技术方案,二氧化钛纳米线、壳聚糖、介孔纳米二氧化硅、小苏打、海藻酸钠相配合,利用负载二氧化钛纳米线上壳聚糖与包覆料表面的海藻酸钠相配合,使得载料介孔纳米二氧化硅能够较为稳定的附着在二氧化钛纳米线表面形成的壳聚糖网络结构内,提高染色液形成染色层的结构致密度,从而提高全瓷牙的机械强度。

[0018] 当全瓷牙受到冲击力时,二氧化钛纳米线受力,冲击力传递至壳聚糖网络结构上,网络结构产生形变,形变的挤压促进载料介孔纳米二氧化硅中的小苏打逐渐释放,释放的小苏打与浓咖啡能够渗透至全瓷牙中的单宁酸相中和,尽量避免单宁酸对全瓷牙透明度和颜色产生影响,从而使全瓷牙具有较长的使用寿命。

[0019] 优选的,所述氮化硼的粒径为80-200nm。

[0020] 通过采用上述技术方案,限定氮化硼的粒径,便于氮化硼分散在负载二氧化钛纳米线中,利用负载二氧化钛纳米线、氮化硼较高的机械强度赋予全瓷牙较高的强度,并且当全瓷牙受力时,负载二氧化钛纳米线的力传递效果配合氮化硼的抵抗作用,进一步提高全瓷牙的强度。

[0021] 优选的,所述润滑剂为月桂酸单甘油酯。

[0022] 通过采用上述技术方案,月桂酸单甘油酯、氮化硼、负载二氧化钛纳米线相配合,利用月桂酸单甘油酯较好的疏水性,配合氮化硼、负载二氧化钛纳米线赋予染色层较好的致密度,使成品全冠牙表面具有较好的疏水效果,从而使全冠牙表面不易粘附色素物质;并且月桂酸单甘油酯、壳聚糖、二氧化钛纳米线具有较好的抑菌抗菌效果,能够尽量避免细菌在全冠牙表面附着,从而尽量避免细菌使全冠牙表面发黄,延长全瓷牙的使用寿命。

[0023] 优选的,所述分散剂为聚乙二醇。

[0024] 通过采用上述技术方案,聚乙二醇、负载二氧化钛纳米线相配合,利用聚乙二醇中羟基,配合负载二氧化钛纳米线上壳聚糖的氨基、羟基和海藻酸钠中羧基,使得成品染色液在全瓷牙基体上着色效果较好,使全瓷牙具有较好的仿真透明度;并且聚乙二醇能够使各原料均匀分散,使成品全瓷牙表面不易染色并且提高全瓷牙的机械强度,延长全瓷牙的使

使用寿命。

[0025] 优选的,所述溶剂为蒸馏水。

[0026] 通过采用上述技术方案,使各原料物质溶解、分散效果良好,从而使成品染色液具有较好的染色效果。

[0027] 第二方面,本申请提供一种全瓷牙染色液的制备方法,采用如下的技术方案:

[0028] 一种全瓷牙染色液的制备方法,包括如下步骤:

[0029] S1、称取负载二氧化钛纳米线、氮化硼分散在溶剂中,然后添加分散剂,搅拌均匀,制得初混料;

[0030] S2、称取染色剂添加到初混料中搅拌均匀,然后添加润滑剂继续搅拌均匀,制得成品全瓷牙染色液。

[0031] 通过采用上述技术方案,负载二氧化钛纳米线、氮化硼首先分散,然后添加分散剂,使得氮化硼较为均匀的分散、粘结在负载二氧化钛纳米线形成的网络结构中,然后添加染色剂、润滑剂等配置染色液,使成品染色液不仅具有较好的染色效果,而且能够提高全瓷牙的机械强度,同时使全瓷牙表面不易被浓咖啡、浓茶染色,使成品全瓷牙具有较长的使用寿命。

[0032] 第三方面,本申请提供一种全瓷牙染色液在全瓷牙上的应用,采用如下的技术方案:

[0033] 全瓷牙染色液在全瓷牙上的应用,制备二氧化锆全瓷牙基体,然后在二氧化锆全瓷牙基体表面涂刷染色液,涂刷结束后,进行一次烧结、再次涂刷染色液,二次烧结,制得成品全瓷牙。

[0034] 通过采用上述技术方案,采用二氧化锆制备全瓷牙基体,使得全瓷牙基体具有较高的机械强度,然后在全瓷牙基体表面涂刷染色液,不仅使全瓷牙具有较好的仿真透明度,而且利用染色液对色素物质的阻隔效果,能够尽量避免色素物质在全瓷牙表面附着,同时当全瓷牙受到冲牙器的水流冲击作用,容易去除成品全瓷牙表面残留的色素物质的同时不易影响全瓷牙的表观完整度,使全瓷牙同时具有较好的仿真透明度、较高的强度以及避免浓咖啡和浓茶色素物质残留的效果。

[0035] 优选的,所述一次烧结以4-10℃/min的升温速率升温至750-850℃,保温15-25min,然后升温至1100-1350℃,保温40-80min。

[0036] 通过采用上述技术方案,使成品全瓷牙具有较高的机械强度和较好的透明度,能够满足较薄厚度的条件下使全瓷牙仍具有较高的强度,不易产生崩裂,以延长全瓷牙的使用寿命。

[0037] 综上所述,本申请具有以下有益效果:

[0038] 1、染色剂、分散剂、负载二氧化钛纳米线、氮化硼、润滑剂相配合,利用分散剂、润滑剂,促进染色剂、负载二氧化钛纳米线、氮化硼在染色液中较为均匀的分散,提高全瓷牙表面染色层的结构致密度,配合负载二氧化钛纳米线、氮化硼较高的机械强度,使成品全瓷牙具有较高强度的同时具有较好的仿真透明度。

[0039] 2、染色剂、分散剂、负载二氧化钛纳米线、氮化硼、润滑剂相配合;当全瓷牙与浓咖啡、浓茶接触后,利用润滑剂较好的润滑作用,配合负载二氧化钛纳米线、氮化硼较好的疏水效果,使得浓咖啡不易在全瓷牙表面停留,从而尽量避免色素物质在全瓷牙表面附着;同

时当采用冲牙器对全瓷牙进行冲洗时,利用负载二氧化钛纳米线、氮化硼较高的机械强度以及负载二氧化钛纳米线对冲击力的缓冲、抵抗效果,不仅能够保护全瓷牙不受损伤,而且便于快速冲洗掉色素物质在全瓷牙表面的残留,使成品全瓷牙不易发黄、不易碎裂,从而延长全瓷牙的使用寿命。

[0040] 3、二氧化钛纳米线、壳聚糖、介孔纳米二氧化硅、小苏打、海藻酸钠相配合,当全瓷牙受力时,二氧化钛纳米线受力,冲击力传递至壳聚糖网络结构上,网络结构产生形变,形变挤压促进载料介孔纳米二氧化硅中的小苏打逐渐释放,释放的小苏打与浓咖啡能够渗透至全瓷牙中的单宁酸相中和,尽量避免单宁酸对全瓷牙表面染色,从而使全瓷牙具有较长的使用寿命。

[0041] 4、蒸馏水、聚乙二醇、负载二氧化钛纳米线、氮化硼相配合,利用聚乙二醇的水溶性,配合负载二氧化钛纳米线上氨基、羧基、羟基与聚乙二醇羟基的引力、连接效果,进一步提高染色液内各物质原料在全瓷牙基体上的附着效果;并且负载二氧化钛纳米线、氮化硼分散到溶剂中后,再添加聚乙二醇,利用聚乙二醇水溶的粘性,提高氮化硼与负载二氧化钛纳米线的粘结效果;当全瓷牙受到水流冲击时,利用氮化硼填充效果对冲击力产生抵抗配合负载二氧化钛纳米线对力的抵抗、传导效果,进一步缓解冲击力,从而使全瓷牙具有较好染色效果的同时具有较好的机械强度,以延长全瓷牙的使用寿命。

具体实施方式

[0042] 以下结合实施例对本申请作进一步详细说明。

[0043] 介孔纳米二氧化硅的制备例

[0044] 制备例1:介孔纳米二氧化硅采用如下方法制备而成:

[0045] 称取500mg十六烷基三甲基氯化铵、16mg乙醇、0.3mg三乙醇胺分别加入到100mL去离子水中,并在82℃条件下搅拌1h,然后以1mL/min的添加速度添加3mL正硅酸四乙酯,搅拌均匀后,在82℃条件下搅拌6.5h,通过离心15min收集产物,并用甲醇洗涤3次,然后分散在酸性甲醇溶液(含2mL的HCl的100mL甲醇)中冷凝回流洗涤四次,冷凝回流的温度为68℃,时间为12h,洗涤完全后,离心收集半成品,然后用甲醇和去离子水分别洗涤3次,然后真空冷冻干燥12h,得到成品介孔纳米二氧化硅。

[0046] 载料介孔纳米二氧化硅的制备例

[0047] 制备例2:载料介孔纳米二氧化硅采用如下方法制备而成:

[0048] I称取小苏打置于水中溶解,制得质量分数10%的溶解液;称取100mL溶解液置于500mg的制备例1制备的介孔纳米二氧化硅中,在20kHz条件下超声分散30min,然后经冷冻干燥、分散,制得包覆料;

[0049] II将包覆料置于质量分数0.5%的海藻酸钠溶液中均匀分散,海藻酸钠溶液为海藻酸钠水溶液,包覆料与海藻酸钠溶液重量比为1:5,然后经冷冻干燥、打散,制得成品载料介孔纳米二氧化硅;粒径250nm。

[0050] 制备例3:载料介孔纳米二氧化硅采用如下方法制备而成:

[0051] I称取小苏打置于水中溶解,制得质量分数10%的溶解液;称取100mL溶解液置于500mg的制备例1制备的介孔纳米二氧化硅中,在20kHz条件下超声分散30min,然后经冷冻干燥、分散,制得包覆料;

[0052] II 将包覆料置于质量分数0.5%的海藻酸钠溶液中均匀分散,藻酸钠溶液为海藻酸钠水溶液,包覆料与海藻酸钠溶液重量比为1:3,然后经冷冻干燥、打散,制得成品载料介孔纳米二氧化硅;粒径250nm。

[0053] 制备例4:载料介孔纳米二氧化硅采用如下方法制备而成:

[0054] I 称取小苏打置于水中溶解,制得质量分数10%的溶解液;称取100mL溶解液置于500mg的制备例1制备的介孔纳米二氧化硅中,在20kHz条件下超声分散30min,然后经冷冻干燥、分散,制得包覆料;

[0055] II 将包覆料置于质量分数0.5%的海藻酸钠溶液中均匀分散,藻酸钠溶液为海藻酸钠水溶液,包覆料与海藻酸钠溶液重量比为1:8,然后经冷冻干燥、打散,制得成品载料介孔纳米二氧化硅;粒径250nm。

[0056] 负载二氧化钛纳米线的制备例

[0057] 以下原料中的二氧化钛纳米线购买于中科雷鸣(北京)科技有限公司,直径20nm,长度5 μ m;壳聚糖购买于河北润步生物科技有限公司生产的食品级壳聚糖,含量99%;氯化钙为食品级氯化钙粉末;其他原料及设备均为普通市售。

[0058] 制备例5:负载二氧化钛纳米线采用如下方法制备而成:

[0059] 称取1kg二氧化钛纳米线分散在145kg稀醋酸溶液中,稀醋酸溶液为质量分数2%的稀醋酸水溶液;然后添加1kg壳聚糖搅拌均匀,使得壳聚糖完全溶解,再添加氯化钙和载料介孔纳米二氧化硅,二氧化钛纳米线与氯化钙、载料介孔纳米二氧化硅的质量比为1:0.6:1,载料介孔纳米二氧化硅为制备例2制备的载料介孔纳米二氧化硅,分散均匀后,室温静置20min,然后经干燥,制得成品。

[0060] 制备例6:负载二氧化钛纳米线采用如下方法制备而成:

[0061] 称取1kg二氧化钛纳米线分散在130kg稀醋酸溶液中,稀醋酸溶液为质量分数2%的稀醋酸水溶液;然后添加0.5kg壳聚糖搅拌均匀,使得壳聚糖完全溶解,再添加氯化钙和载料介孔纳米二氧化硅,二氧化钛纳米线与氯化钙、载料介孔纳米二氧化硅的质量比为1:0.4:0.5,载料介孔纳米二氧化硅为制备例3制备的载料介孔纳米二氧化硅,分散均匀后,室温静置20min,然后经干燥,制得成品。

[0062] 制备例7:负载二氧化钛纳米线采用如下方法制备而成:

[0063] 称取1kg二氧化钛纳米线分散在160kg稀醋酸溶液中,稀醋酸溶液为质量分数2%的稀醋酸水溶液;然后添加1.5kg壳聚糖搅拌均匀,使得壳聚糖完全溶解,再添加氯化钙和载料介孔纳米二氧化硅,二氧化钛纳米线与氯化钙、载料介孔纳米二氧化硅的质量比为1:1:1.5,载料介孔纳米二氧化硅为制备例4制备的载料介孔纳米二氧化硅,分散均匀后,室温静置20min,然后经干燥,制得成品。

[0064] 实施例

[0065] 以下原料中的液体染色液购买于Vita公司生产的16色染色液;釉粉购买于Vita公司生产的登士柏金钻釉粉;其他原料及设备均为普通市售。

[0066] 实施例1:一种全瓷牙染色液:

[0067] 染色剂12kg、溶剂112kg、分散剂18kg、负载二氧化钛纳米线0.75kg、氮化硼0.4kg、润滑剂2kg;染色剂由质量比为60:0.5的液体染色液和釉粉混合制得,液体染色液由质量比为1:0.6的黄色染色液和橙色染色液混合制得;溶剂为蒸馏水;分散剂为聚乙二醇400;负载

二氧化钛纳米线为制备例5制备的负载二氧化钛纳米线;氮化硼粒径为120nm;润滑剂为月桂酸单甘油酯;

[0068] 制备方法如下:

[0069] S1、称取负载二氧化钛纳米线、氮化硼添加到溶剂中,在20kHz条件下分散5min,然后添加分散剂,搅拌均匀,制得初混料;

[0070] S2、称取染色剂添加到初混料中搅拌均匀,然后添加润滑剂继续搅拌均匀,制得成品全瓷牙染色液。

[0071] 实施例2:本实施例与实施例1的不同之处在于:

[0072] 染色剂5kg、溶剂90kg、分散剂5kg、负载二氧化钛纳米线0.2kg、氮化硼0.1kg、润滑剂1kg;分散剂为聚乙二醇600;负载二氧化钛纳米线为制备例6制备的负载二氧化钛纳米线;氮化硼粒径为80nm。

[0073] 实施例3:本实施例与实施例1的不同之处在于:

[0074] 染色剂20kg、溶剂120kg、分散剂25kg、负载二氧化钛纳米线1kg、氮化硼0.6kg、润滑剂3kg;负载二氧化钛纳米线为制备例7制备的负载二氧化钛纳米线;氮化硼粒径为200nm。

[0075] 实施例4:本实施例与实施例1的不同之处在于:

[0076] 负载二氧化钛纳米线制备过程中:

[0077] 称取1kg二氧化钛纳米线分散在145kg稀醋酸溶液中,稀醋酸溶液为质量分数2%的稀醋酸水溶液;然后添加载料介孔纳米二氧化硅,二氧化钛纳米线与载料介孔纳米二氧化硅的质量比为1:1,载料介孔纳米二氧化硅为制备例2制备的载料介孔纳米二氧化硅,分散均匀后,室温静置20min,然后经干燥,制得成品。

[0078] 实施例5:本实施例与实施例1的不同之处在于:

[0079] 负载二氧化钛纳米线制备过程中:

[0080] 称取1kg二氧化钛纳米线、1kg壳聚糖搅拌均匀、1kg载料介孔纳米二氧化硅混合搅拌均匀,载料介孔纳米二氧化硅为制备例2制备的载料介孔纳米二氧化硅,然后经干燥,制得成品。

[0081] 实施例6:本实施例与实施例1的不同之处在于:

[0082] 负载二氧化钛纳米线制备过程中:

[0083] 称取1kg二氧化钛纳米线分散在145kg稀醋酸溶液中,稀醋酸溶液为质量分数2%的稀醋酸水溶液;然后添加1kg壳聚糖搅拌均匀,使得壳聚糖完全溶解,再添加0.6kg氯化钙,分散均匀后,室温静置20min,然后经干燥,制得成品。

[0084] 实施例7:本实施例与实施例1的不同之处在于:

[0085] 载料介孔纳米二氧化硅制备过程中:

[0086] 将制备例1制备的介孔纳米二氧化硅置于质量分数0.5%的海藻酸钠溶液中均匀分散,介孔纳米二氧化硅与海藻酸钠溶液重量比为1:5,然后经冷冻干燥、打散,制得成品载料介孔纳米二氧化硅;粒径250nm。

[0087] 实施例8:本实施例与实施例1的不同之处在于:

[0088] 载料介孔纳米二氧化硅制备过程中:

[0089] I称取小苏打置于水中溶解,制得质量分数10%的溶解液;称取100mL溶解液置于

500mg的介孔纳米二氧化硅中,在20kHz条件下超声分散30min,然后经冷冻干燥、分散,制得成品载料介孔纳米二氧化硅。

[0090] 实施例9:本实施例与实施例1的不同之处在于:

[0091] 称取负载二氧化钛纳米线、氮化硼、分散剂、染色剂、润滑剂添加到溶剂中,在200r/min的转速下搅拌均匀,制得成品全瓷牙染色液。

[0092] 对比例

[0093] 对比例1:本对比例与实施例1的不同之处在于:

[0094] 原料中以同等质量的氮化硼替换负载二氧化钛纳米线。

[0095] 对比例2:本对比例与实施例1的不同之处在于:

[0096] 原料中未添加负载二氧化钛纳米线。

[0097] 对比例3:本对比例与实施例1的不同之处在于:

[0098] 原料中未添加润滑剂。

[0099] 应用例:

[0100] 应用例1:全瓷牙染色液在全瓷牙上的应用:

[0101] 首先采用激光扫描仪对需要做全瓷牙的牙齿进行扫描,扫描数据传输至电脑,电脑端数据读取修复装置对扫描的牙齿的三维立体数据进行编辑、处理、筛选、纠正,然后将编辑过的数字化数据还原为仿真的牙齿模;根据模型对二氧化锆进行切割、研磨,制得二氧化锆全瓷牙基体;

[0102] 在二氧化锆全瓷牙基体表面涂刷实施例1制备的染色液,涂刷结束后,进行一次烧结,以7°C/min的升温速率升温至800°C,保温20min,然后升温至1250°C,保温60min,一次烧结后,再次涂刷实施例1制备的染色液,然后进行二次烧结,二次烧结条件与一次烧结条件相同,制得成品全瓷牙。

[0103] 应用例2:本应用例与应用例1的不同之处在于:

[0104] 在二氧化锆全瓷牙基体表面涂刷实施例2制备的染色液,涂刷结束后,进行一次烧结,以4°C/min的升温速率升温至750°C,保温25min,然后升温至1100°C,保温80min,一次烧结后,再次涂刷实施例2制备的染色液,然后进行二次烧结,二次烧结条件与一次烧结条件相同,制得成品全瓷牙。

[0105] 应用例3:本应用例与应用例1的不同之处在于:

[0106] 在二氧化锆全瓷牙基体表面涂刷实施例3制备的染色液,涂刷结束后,进行一次烧结,以10°C/min的升温速率升温至850°C,保温15min,然后升温至1350°C,保温40min,一次烧结后,再次涂刷实施例3制备的染色液,然后进行二次烧结,二次烧结条件与一次烧结条件相同,制得成品全瓷牙。

[0107] 应用例4:本应用例与应用例1的不同之处在于:

[0108] 染色液选用实施例4制备的染色液。

[0109] 应用例5:本应用例与应用例1的不同之处在于:

[0110] 染色液选用实施例5制备的染色液。

[0111] 应用例6:本应用例与应用例1的不同之处在于:

[0112] 染色液选用实施例6制备的染色液。

[0113] 应用例7:本应用例与应用例1的不同之处在于:

[0114] 染色液选用实施例7制备的染色液。

[0115] 应用例8:本应用例与应用例1的不同之处在于:

[0116] 染色液选用实施例8制备的染色液。

[0117] 应用例9:本应用例与应用例1的不同之处在于:

[0118] 染色液选用实施例9制备的染色液。

[0119] 性能检测试验

[0120] 1、颜色性能测试

[0121] 分别采用实施例1-9以及对比例1-3的制备方法制备成品染色液,参考应用例1的制备方法制备全瓷牙,全瓷牙厚度1.5mm,制备的12个全瓷牙的二氧化锆全瓷牙基体厚度、染色液厚度均相同,分别对应12个测试人员,测试人员均为男性,且喜爱浓咖啡,每日早晚各一杯,分别在早上7-9点,下午4-6点,年龄区间在26-36周岁之间,饮食习惯基本相同,早上刷牙在喝浓咖啡之前,晚上刷牙在喝浓咖啡之后,喝浓咖啡后并无刷牙,且无漱口习惯;在全瓷牙安装前,记录全瓷牙颜色,然后分别在安装全瓷牙后的1年、3年再次记录全瓷牙的颜色,根据颜色进行打分,打分人员为专业的鉴评人员,遵循公正原则,评分标准如下:与天然牙齿颜色相近,并且透明度好10分→颜色发黄5分→颜色发黑1分。

[0122] 2、强度性能测试

[0123] 分别采用实施例1-9以及对比例1-3的制备方法制备成品染色液,参考应用例1的制备方法制备全瓷牙,全瓷牙厚度1.5mm,制备的12个全瓷牙的二氧化锆全瓷牙基体厚度、染色液厚度均相同,记录全瓷牙强度数据。

[0124] 表1性能测试表

项目	分数/分			强度/GPa
	初始	1年	3年	
实施例 1	10	9.5	9.0	1.312
实施例 2	10	9.4	8.6	1.304
实施例 3	10	9.6	9.0	1.314
实施例 4	10	8.8	7.0	1.305
[0125] 实施例 5	10	8.6	6.6	1.310
实施例 6	10	8.0	5.5	1.298
实施例 7	10	8.5	6.0	1.302
实施例 8	10	8.8	6.8	1.306
实施例 9	10	9.0	7.8	1.308
对比例 1	9.8	8.6	6.4	1.309
对比例 2	10	7.5	5.0	1.290
[0126] 对比例 3	9.9	9.0	8.0	1.310

[0127] 结合实施例1-3并结合表1可以看出,本申请制备的全瓷牙具有较高强度的同时不

易被浓咖啡的色素物质染色,并且初始全瓷牙的仿真透明度好。

[0128] 结合实施例1和实施例4-9并结合表1可以看出,实施例4负载二氧化钛纳米线制备过程中,原料中未添加壳聚糖和氯化钙,实施例5负载二氧化钛纳米线制备过程中,原料中未添加稀醋酸和氯化钙,实施例6负载二氧化钛纳米线制备过程中,原料中未添加载料介孔纳米二氧化硅,相比于实施例1,实施例4、5、6制备的全瓷牙容易被浓咖啡的色素物质染色,并且强度小于实施例1;说明壳聚糖、稀醋酸、二氧化钛纳米线、氯化钙、载料介孔纳米二氧化硅相配合,利用壳聚糖的交联成膜作用,能够在二氧化钛纳米线表面形成交联网络结构,便于负载载料介孔纳米二氧化硅,从而提高全瓷牙的强度;并且壳聚糖具有抑菌、抗菌效果,能够尽量避免全瓷牙表面附着菌体而变黄,同时稀醋酸能够阻止茶碱渗透,壳聚糖和载料介孔纳米二氧化硅能够减少单宁酸对全瓷牙的影响,从而使全瓷牙表面不易附着浓咖啡、浓茶的色素物质,延长全瓷牙的使用寿命。

[0129] 实施例7载料介孔纳米二氧化硅制备过程中,介孔纳米二氧化硅未负载小苏打,相比于实施例1,实施例7制备的全瓷牙容易被浓咖啡的色素物质染色,并且强度小于实施例1;说明小苏打、介孔纳米二氧化硅相配合,在全瓷牙受力时,网络结构的力传递效果,容易促进载料介孔纳米二氧化硅孔隙内的小苏打逐渐释放,利用小苏打中和浓咖啡渗透至全瓷牙中的单宁酸,从而尽量避免全瓷牙发黄变色,保证全瓷牙长时间具有较好的仿真透明度。

[0130] 实施例8载料介孔纳米二氧化硅制备过程中,未经海藻酸钠溶液处理,相比于实施例1,实施例8制备的全瓷牙容易被浓咖啡的色素物质染色,并且强度小于实施例1;说明海藻酸钠能够提高载料介孔纳米二氧化硅与分散剂、负载二氧化钛纳米线的结合效果,从而提高染色液形成的染色层的结构密度,提高成品全瓷牙的强度,并且使成品全瓷牙不易染色。

[0131] 实施例9染色液原料直接混合,相比于实施例1,实施例9制备的全瓷牙容易被浓咖啡的色素物质染色,并且强度小于实施例1;说明负载二氧化钛纳米线、氮化硼首先分散,然后添加分散剂,使得氮化硼较为均匀的分散、粘结在负载二氧化钛纳米线形成的网络结构中,然后添加染色剂、润滑剂等配置染色液,使成品染色液不仅具有较好的染色效果,而且能够提高全瓷牙的机械强度,同时使全瓷牙表面不易被浓咖啡、浓茶染色,使成品全瓷牙具有较长的使用寿命。

[0132] 结合实施例1和对比例1-3并结合表1可以看出,对比例1原料中以同等质量的氮化硼替换负载二氧化钛纳米线,相比于实施例1,对比例1制备的全瓷牙容易被浓咖啡的色素物质染色,并且强度小于实施例1;说明氮化硼、负载二氧化钛纳米线相配合,能够提高全瓷牙的强度,并使全瓷牙具有较好的防染色效果。

[0133] 对比例2原料中未添加负载二氧化钛纳米线,相比于实施例1,对比例2制备的全瓷牙容易被浓咖啡的色素物质染色,并且强度小于实施例1;说明负载二氧化钛纳米线不仅利用其较高的机械强度,提高成品全瓷牙的强度,而且具有较好的防浓咖啡色素对全瓷牙染色的效果,使成品全瓷牙具有较长的使用寿命。

[0134] 对比例3原料中未添加润滑剂,相比于实施例1,对比例3制备的全瓷牙容易被浓咖啡的色素物质染色,并且强度略小于实施例1;说明月桂酸单甘油酯、氮化硼、负载二氧化钛纳米线相配合,利用月桂酸单甘油酯较好的疏水性,配合氮化硼、负载二氧化钛纳米线赋予染色层较好的致密度,使成品全冠牙表面具有较好的疏水效果,从而使全冠牙表面不易粘

附色素物质；并且月桂酸单甘油酯、壳聚糖、二氧化钛纳米线具有较好的抑菌抗菌效果，能够尽量避免细菌在全冠牙表面附着，从而尽量避免细菌使全冠牙表面发黄，延长全冠牙的使用寿命。

[0135] 本具体实施例仅仅是对本申请的解释，其并不是对本申请的限制，本领域技术人员在阅读完本说明书后可以根据需要对本实施例做出没有创造性贡献的修改，但只要在本申请的权利要求范围内都受到专利法的保护。